

**НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ
імені ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО»
ІНЖЕНЕРНО-ФІЗИЧНИЙ ФАКУЛЬТЕТ
КАФЕДРА ФІЗИКИ МЕТАЛІВ**

«На правах рукопису»
УДК _____

«До захисту допущено»
В.о. завідувача кафедри
_____ Є.В. Іващенко
«__» _____ 2018 р.

**Магістерська дисертація
на здобуття ступеня магістра
зі спеціальності 132 Матеріалознавство
на тему: «Фазові перетворення у нанорозмірних плівкових композиціях Pd-Fe-Cu при
відпалі у водні»**

Виконав:
студент VI курсу, групи ФМ-71мп
Макушко Павло Володимирович _____

Керівник:
професор КФМ, д.т.н.,
Макогон Ю.М. _____

Консультант з охорони праці та безпеки в надзвичайних ситуаціях:
професор, д.т.н.,
Левченко О.Г. _____

Консультант із розробки стартап-проекту:
доцент, к.е.н.,
Глущенко Я.І. _____

Консультант із питань нормоконтролю:
асистент КФМ,
Шаповалова Н.А. _____

Рецензент:
професор КФХОТМ, д.т.н.,
Михаленков К.В. _____

Засвідчую, що у цій магістерській дисертації немає
запозичень з праць інших авторів без відповідних
посилань.

Студент _____

Київ – 2018 року

Національний технічний університет України
«Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»

Інженерно-фізичний факультет

Кафедра фізики металів

Рівень вищої освіти – другий (магістерський) за освітньо-професійною програмою
Спеціальність (спеціалізація) – 132 Матеріалознавство (Металофізичні процеси та їх комп'ютерне моделювання)

ЗАТВЕРДЖУЮ

В. о. завідувача кафедри

_____ С.В. Іващенко

«__» _____ 20__ р.

ЗАВДАННЯ
на магістерську дисертацію студенту

Макушку Павлу Володимировичу

1. Тема дисертації «Фазові перетворення у нанорозмірних плівкових композиціях Pd-Fe-Cu при відпалі у водні», науковий керівник дисертації Макогон Юрій Миколайович, професор КФМ, д.т.н., затверджені наказом по університету від «09» листопада 2018 р. № 4127-с
2. Термін подання студентом дисертації _____
3. Об'єкт дослідження – дифузійні процеси фазоутворення у плівкових композиціях Pd-Fe-Cu при відпалі в атмосфері водню.
4. Вихідні дані: нанорозмірні плівкові композиції FePd/Cu та Pd/Cu/Fe на підкладках SiO₂/Si(001).
5. Перелік завдань, які потрібно розробити: Виготовити плівкові композиції, провести швидкий термічний відпал в атмосфері азоту та відпал в атмосфері водню. За допомогою рентгеноструктурного аналізу дослідити фазовий склад плівкових композицій після відпалів. Оцінити вплив термічної обробки на морфологію поверхні та магнітні властивості плівкових композицій.
6. Орієнтовний перелік графічного (ілюстративного) матеріалу: 66 рисунків та презентація.
7. Орієнтовний перелік публікацій: Proceedings of the 2017 IEEE 7th International Conference on Nanomaterials: Applications and Properties, NAP 2017: "L₁₀ FePt Phase Formation in Fe₅₀Pt₅₀(15 nm) and Ag(7.5 nm)/Fe₅₀Pt₅₀(15 nm) Films on SiO₂/Si(001) Substrates", XX наукова конференція ТНТУ імені Івана Пулюя: "Influence of Ag amount on L₁₀ FePd ordered phase formation in nanoscale films FePd/Ag/SiO₂/Si", 5-та Міжнародна конференція "Нанотехнології та наноматеріали" НАНО-2017: "Phase formation and magnetic properties in Fe₅₀Pt₅₀/Au/Fe₅₀Pt₅₀ films", TOPO2018: International Workshop on "Topological Structures in Ferroic Materials": "Effect of

stress on structure and magnetic properties of nanoscale $[\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}/\text{Au}/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}]_n$ film compositions”, 6-та Міжнародна конференція “Нанотехнології та наноматеріали” НАНО-2018: “Effect of stress on $L1_0$ phase formation and magnetic properties of nanoscale $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}/\text{Au}/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ films”, XI Міжнародна конференції студентів, аспірантів та молодих вчених “Перспективні технології на основі новітніх фізико-матеріалознавчих досліджень та комп’ютерного конструювання матеріалів”: “Вплив атмосфери відпалу на формування магнітно-твердої фази $L1_0\text{-FePt}$ в нанорозмірних плівках $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15\text{ нм})/\text{Au}(7,5\text{ нм}; 30\text{ нм})/\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}(15\text{ нм})$ ”.

8. Консультанти розділів дисертації**

Розділ	Прізвище, ініціали та посада консультанта	Підпис, дата	
		завдання видав	завдання прийняв
Охорона праці та безпека в надзвичайних ситуаціях	Левченко О.Г., професор, д.т.н.		
Розробка стартап-проекту	Глущенко Я.І., доцент, к.е.н.		

9. Дата видачі завдання _____

Календарний план

№ з/п	Назва етапів виконання магістерської дисертації	Термін виконання етапів магістерської дисертації	Примітка
1.	Огляд джерел та написання літогляду		
2.	Нанесення плівкових композицій FePd/Cu та $\text{Pd}/\text{Cu}/\text{Fe}$ на підкладинки $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$		
3.	Проведення відпалів в атмосферах водню та азоту		
4.	Рентгеноструктурні дослідження		
5.	Оцінка морфології поверхні та магнітних властивостей плівкових композицій		
6.	Аналіз результатів та написання диплому		
7.	Захист		

Студент

П.В. Макушко

Науковий керівник дисертації

Ю.М. Макогон

РЕФЕРАТ

Магістерська дисертація: 103 сторінки, 66 рисунків, 10 таблиць, 57 літературних джерел.

ВІДПАЛ У ВОДНІ; НАНОРОЗМІРНІ ПЛІВКИ НА ОСНОВІ FePd; ШВИДКИЙ ТЕРМІЧНИЙ ВІДПАЛ.

Актуальність теми: використання плівкових композицій на основі впорядкованої фази $L1_0$ -FePd дозволить збільшити щільність магнітного запису інформації завдяки високій енергії магнітокристалічної анізотропії та меншій в порівнянні з FePt температурі впорядкування.

Мета роботи: дослідження формування фазового складу та структури в нанорозмірних плівкових композиціях FePd/Cu та Pd/Cu/Fe на підкладках $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ при швидкому термічному відпалі та відпалі в атмосфері водню.

Об'єкт дослідження: термічно активовані процеси фазоутворення в нанорозмірних плівкових композиціях FePd/Cu та Pd/Cu/Fe на підкладках $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$.

Предмет дослідження: нанорозмірні плівкові композиції $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}(5\text{-}x\text{ нм})/\text{Cu}(x\text{ нм})$ ($x = 0\text{ нм}; 0,3\text{ нм}; 0,6\text{ нм}$), $\text{Pd}(6\text{ нм})/\text{Cu}(0\text{ нм}; 0,2\text{ нм}; 0,4\text{ нм})/\text{Fe}(4,6\text{ нм})$ та $\text{Pd}(7\text{ нм})/\text{Cu}(0\text{ нм}; 0,2\text{ нм}; 0,4\text{ нм})/\text{Fe}(5\text{ нм})$ на підкладках $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$.

Методи дослідження: рентгеноструктурний фазовий аналіз, атомно-силова мікроскопія, SQUID магнітометрія.

Наукова новизна одержаних результатів: Отримані нові знання про закономірності фазоутворення в нанорозмірних плівкових композиціях на основі системи FePd, легуваних Cu, при відпалі в атмосфері водню.

ABSTRACT

Master thesis: 103 pages, 65 figures, 10 tables, 57 literary sources.

ANNEALING IN HYDROGEN; NANOSCALE FePd BASED FILM COMPOSITIONS; RAPID THERMAL ANNEALING.

Actuality: the use of film compositions based on the $L1_0$ -FePd ordered phase will increase the magnetic recording density due to high energy of the magnetocrystalline anisotropy and lower ordering temperature, compared with FePt.

Purpose: the study of formation of phase and structural composition in nanoscale FePd/Cu and Pd/Cu/Fe film compositions on $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ substrates at rapid thermal annealing and annealing in hydrogen atmosphere.

Object of study: thermally activated phase formation processes in nanoscale FePd/Cu and Pd/Cu/Fe film compositions on $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ substrates.

Subject of study: $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}(5-x \text{ nm})/\text{Cu}(x \text{ nm})$ ($x = 0 \text{ nm}, 0.3 \text{ nm}, 0.6 \text{ nm}$), $\text{Pd}(6 \text{ nm})/\text{Cu}(0 \text{ nm}, 0.2 \text{ nm}, 0.4 \text{ nm})/\text{Fe}(4.6 \text{ nm})$ and $\text{Pd}(7 \text{ nm})/\text{Cu}(0 \text{ nm}, 0.2 \text{ nm}, 0.4 \text{ nm})/\text{Fe}(5 \text{ nm})$ nanoscale film compositions, on the $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ substrates.

Experimental methods: X-ray diffraction analysis, atomic force microscopy, SQUID magnetometry.

Scientific novelty of the obtained results: New knowledge on the regularities of phase formation in doped with Cu nanoscale film compositions based on FePd at annealing in hydrogen atmosphere was obtained.

ЗМІСТ

ВСТУП.....	9
1 ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД	11
1.1 Наноматеріали для магнітного запису	11
1.2 Основні технології магнітного запису	13
1.2.1 Повздовжній магнітний запис	13
1.2.2 Перпендикулярний магнітний запис	15
1.2.3 Термічно активований запис	17
1.3 Перспективи FePd в якості середовища магнітного запису	19
1.4 Діаграми стану системи.....	24
1.4.1 Діаграми стану FePd, PdCu та CuFe	24
1.4.2 Діаграми стану FeH та PdH	28
1.5 Висновки до розділу 1	30
2 МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИКА.....	31
2.1 Матеріали та термічна обробка	31
2.1.1 Магнетронне осадження	31
2.1.2 Термічна обробка зразків	33
2.2 Методика дослідження	34
2.2.1 Рентгеноструктурний фазовий аналіз	34
2.2.2 SQUID магнітометрія.....	36
2.2.3 Атомно-силова мікроскопія	37
2.3 Висновки до розділу 2	39
3 РЕЗУЛЬТАТИ ТА ОБГОВОРЕННЯ	40
3.1 Структура та магнітні властивості плівкових композицій Fe ₅₀ Pd ₅₀ (5-х нм)/ Cu(х) (х = 0 нм; 0,3 нм; 0,6 нм) після відпалу в атмосфері водню.....	40
3.2 Дослідження впливу відпалу в атмосфері водню на структуру та магнітні властивості плівкових композицій Pd(6 нм)/Cu/Fe(4,6 нм).....	46
3.2.1 Структура та магнітні властивості плівкових композицій Pd(6 нм)/Fe(4,6 нм).....	46

3.2.2 Структура та магнітні властивості плівкової композиції	
Pd(6 нм)/Cu(0,2 нм)/Fe(4,6 нм).....	51
3.2.3 Структура та магнітні властивості плівкової композиції	
Pd(6 нм)/Cu(0,4 нм)/Fe(4,6 нм).....	54
3.2.4 Структура та магнітні властивості плівкової композиції	
Fe(4,6 нм)/Pd(6 нм).....	57
3.3 Дослідження впливу відпалу в атмосфері водню на структуру та магнітні властивості плівкових композицій Pd(7 нм)/Cu/Fe(5 нм).....	61
3.3.1 Структура та магнітні властивості плівкової композиції	
Pd(7 нм)/Fe(5 нм).....	61
3.3.2 Структура та магнітні властивості плівкової композиції	
Pd(7 нм)/Cu(0,2 нм)/Fe(5 нм).....	64
3.3.3 Структура та магнітні властивості плівкової композиції	
Pd(7 нм)/Cu(0,4 нм)/Fe(5 нм).....	66
3.3.4 Структура та магнітні властивості у плівкових композиціях	
Fe(5 нм)/Pd(7 нм) після термічної обробки	69
3.4 Вплив термічної обробки в атмосфері водню на структуру підкладинок SiO ₂ /Si(001)	73
3.5 Висновки до розділу 3	74
4 ОХОРОНА ПРАЦІ ТА БЕЗПЕКА В НАДЗВИЧАЙНИХ СИТУАЦІЯХ	76
4.1 Аналіз параметрів приміщення та мікроклімату в приміщенні.....	76
4.2 Аналіз освітлення приміщення лабораторії	78
4.3 Виробничі випромінювання.....	79
4.3.1 Випромінювання від рентгенівського дифрактометра.....	79
4.3.2 Випромінювання від ЕОМ	80
4.4 Виявлення і аналіз наявності шуму, вібрації, інфра- та ультразвуку	81
4.5 Електричний струм	82
4.6 Забезпечення безпеки та запобігання надзвичайним ситуаціям.....	83
4.6.1 Пожежна безпека	83
4.6.2 Безпека в аварійних ситуаціях	85

	8
4.7 Висновки до розділу 4	85
5 РОЗРОБЛЕННЯ СТАРТАП-ПРОЕКТУ	86
5.1 Опис ідеї проекту	86
5.2 Висновки до розділу 5	93
ВИСНОВКИ.....	94
CONCLUSIONS	96
СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ	98

ВСТУП

На протязі всієї своєї історії людство зберігає інформацію. Першими примітивними технологіями збереження інформації можна назвати клинописи та наскельні малюнки. В сучасному світі збереження інформації відіграє важливу роль у суспільстві. Людство постійно розвиває технології та методи виробництва носіїв інформації для збереження та роботи з аудіо, відео та іншими видами цифрової інформації [1].

У серпні 1898 року датський інженер Вальдемар Поульсен винайшов телеграфон, який був представлений на Всесвітній виставці в Парижі в 1900 році. Пристрій записував звуки на магнітний сталевий дріт. Це був перший пристрій що зберігав інформацію методом магнітного запису [2].

Швидкий розвиток технології магнітного запису дозволяє записувати більші об'єми інформації в меншу кількість матеріалу та забезпечує тривалу стабільність записаної інформації. Фото, відео, аудіо та текстові дані зберігаються у вигляді касет, дискет, жорстких дисків та використовуються в різноманітних пристроях, таких як: цифрові камери, аудіотехніка, персональні комп'ютери та інше [1].

Завдяки високим значенням коерцитивної сили та енергії магнітно-кристалічної анізотропії ($H_c = 7 \cdot 10^6$ Дж/м³, $K_u = 1,8 \cdot 10^6$ Дж/м³) впорядкована магнітно-тверда фаза $L1_0$ -FePd, я має тетрагональну структуру, є перспективним матеріалом для використання в якості середовища надщільного магнітного запису.

Тонкі плівки системи FePd, отримані при кімнатній температурі складаються з неупорядкованої магнітно-м'якої фази $A1$ FePd. Для формування впорядкованої фази $L1_0$ -FePd необхідна термічна обробка за температур вище 600 °C. Термічна обробка за таких температур не є прийнятною для використання в промисловості та призводить до росту зерен, що негативно впливає на потенційну щільність запису. Щоб матеріал був придатним до використання в якості середовища запису в технологіях перпендикулярного та термічно активованого магнітного запису необхідно, щоб вісь легкого намагнічування матеріалу була направлена по нормалі до площини плівки. Тому актуальною задачею сучасного тонкоплівкового

матеріалознавства є зниження температури формування впорядкованої фази $L1_0$ та орієнтація вісі легкого намагнічування c в напрямку нормалі до площини плівки.

Встановлено, що легування додатковими елементами, такими як Au, Ag, Cu може сприяти зниженню температури впорядкування завдяки створенню додаткових напружень та зменшення енергії зв'язків між атомами Fe та Pd. Атмосфера термічної обробки також має вплив на структуру. Термічна обробка в атмосфері водню сприяє пришвидшенню процесів впорядкування в сплавах AuCu та FePt. Проте вплив фізико-хімічних параметрів термічної обробки на процеси формування структури плівок на основі FePd на сьогоднішній день вивчено не достатньо.

Метою даної роботи є дослідження процесів формування фазового складу та структури в нанорозмірних плівкових композиціях $Fe_{50}Pd_{50}/Cu$ та $Pd/Cu/Fe$ на підкладках $SiO_2/Si(001)$ при відпалі в атмосфері водню.

1 ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД

Технологія магнітного запису має надзвичайний потенціал подальшого розвитку. Міжнародна компанія IDC (International Data Corporation) передбачає що світові потреби у зберіганні даних щороку зростатимуть на 40 %. Ці потреби задовольняються збільшенням щільності запису, яке виражається в бітах на квадратний дюйм [3]. На рисунку 1.1 зображено перспективи збільшення щільності магнітного запису. Головною метою індустрії виготовлення носіїв магнітного запису є збільшення щільності запису та зменшення ціни біту записаної інформації.

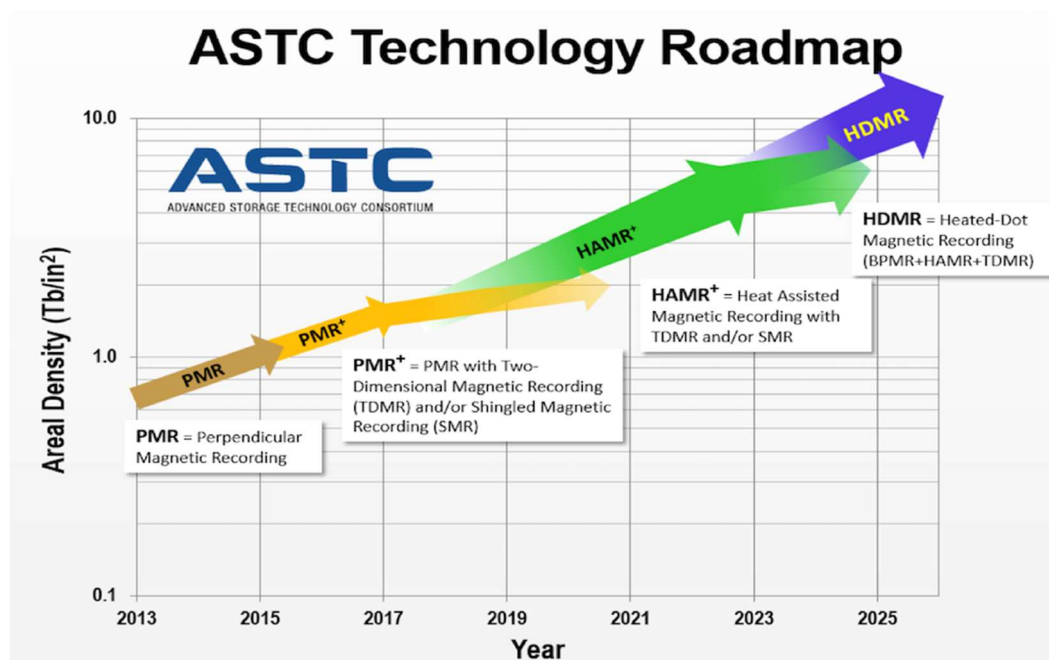


Рисунок 1.1 – Перспективи збільшення щільності магнітного запису інформації [4]

1.1 Наноматеріали для магнітного запису

Для того щоб матеріал був придатний для використання в якості середовища магнітного запису він повинен бути здатним надійно зберігати інформацію при відсутності зовнішнього джерела енергії та забезпечувати можливість зчитування записаної інформації. Магнітні матеріали створюють магнітне поле, яке можна

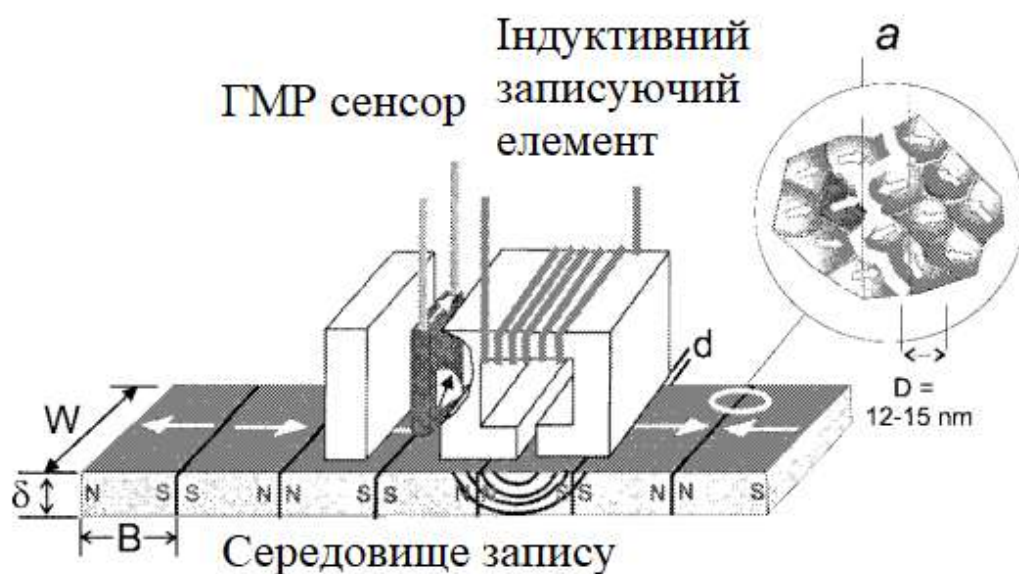
використати для зчитування інформації. Напруженість магнітного поля найбільша біля полюсів магніту, це видно з того, що магніти найсильніше взаємодіють з магнітними матеріалами зі сторін своїх полюсів. Технологія магнітного запису використовує магнітні поля для запису та зчитування інформації. Наприклад, магнітне поле, що виходить з північного полюсу приймаємо за «1», тоді магнітне поле з південного – «0». Варто зазначити, що запис на жорсткі диски проводиться за дещо іншою схемою: за «0» приймається відсутність вихідного з диску магнітного поля, тобто направленість магнітних моментів доменів збігається (S–S, N–N), а за «1» – наявність зміни поляризації магнітних доменів (S–N, N–S). Добуток залишкової намагніченості M_r та товщини магнітного матеріалу δ зазвичай записується як $M_r\delta$ і є надзвичайно важливим параметром для магнітного запису, що визначає можливість реєстрації сигналу від середовища магнітного запису [5].

Іншим важливим аспектом є енергонезалежність середовища запису, тобто здатність зберігати інформацію при відсутності зовнішніх джерел енергії. У випадку магнітного запису намагніченість одного біту інформації повинна зберігатись протягом тривалого часу (не менше 10 років) з моменту запису. Магнітний гістерезис феромагнітних матеріалів дозволяє задовольняти цей критерій. Магнітні матеріали мають енергетичний бар'єр, що виникає як результат магнітно-кристалічної анізотропії, який підтримує залишкову намагніченість незмінною. Цей енергетичний бар'єр може запобігати зміні намагніченості внаслідок дії зовнішніх магнітних полів, термічних флуктуацій та внутрішньої магнітної взаємодії. Можливість матеріалу зберігати інформацію зазвичай оцінюють за його коерцитивною силою H_c . Можна сказати, що $M_r\delta$ та H_c є головними властивостями, які визначають можливість використання матеріалу в якості середовища магнітного запису, але є ще багато інших факторів які також необхідно брати до уваги [5].

1.2 Основні технології магнітного запису

1.2.1 Повздовжній магнітний запис

В жорстких дисках, які базуються на технології повздовжнього магнітного запису, напрямок намагніченості магнітних доменів лежить в площині диску. Система магнітного запису складається з записуючої головки, складеної з відокремлених записуючого та зчитуючого елементів, що переміщується поблизу середовища магнітного запису, як показано на рис. 1.2. Індуктивний записуючий елемент записує інформацію у горизонтальній магнітній структурі. Інформація потім зчитується магнітно резистивним елементом (GMR), вимірюючи магнітне поле, що виходить з границь областей з протилежною намагніченістю. Аналоговий сигнал від сенсора потім перетворюється в цифровий сигнал.



B – довжина біту, W – ширина доріжки, t – товщина записуючого шару,
 d – висота головки над записуючим шаром

Рисунок 1.2 – Схема повздовжнього магнітного запису [6]

Жорсткий диск в загальному має один магнітний шар, що складається з ізолюваних один від одного магнітних зерен, як показано на рис. 1.3, який було отримано на трансмісійному електронному мікроскопі. Запис інформації

відбувається на магнітно-твердий матеріал, наприклад на сплав CoPtCrX ($X = \text{B, Ta}$). Для отримання необхідної кристалічної орієнтації та розмірів кристалітів використовуються підкладки складної структури. Для захисту магнітного матеріалу від механічних пошкоджень та впливу зовнішнього середовища наноситься тонкий шар вуглецю.

В твердих магнітних дисках для зберігання інформації на кожен домен припадає декілька магнітних зерен, як це показано на рисунку 1.3. У вкладці зображена орієнтація намагніченості магнітних зерен у випадку повздовжнього магнітного запису. Кожен біт складається з декількох магнітних зерен, при цьому границя біту повторює границі кристалітів. Необхідність використовувати декілька магнітних зерен для запису одного біту виникає через недосконалість методів виробництва магнітного середовища та низьку чутливість зчитуючих елементів, яким необхідне магнітне поле від декількох зерен для індукціювання достатньої напруги [5].

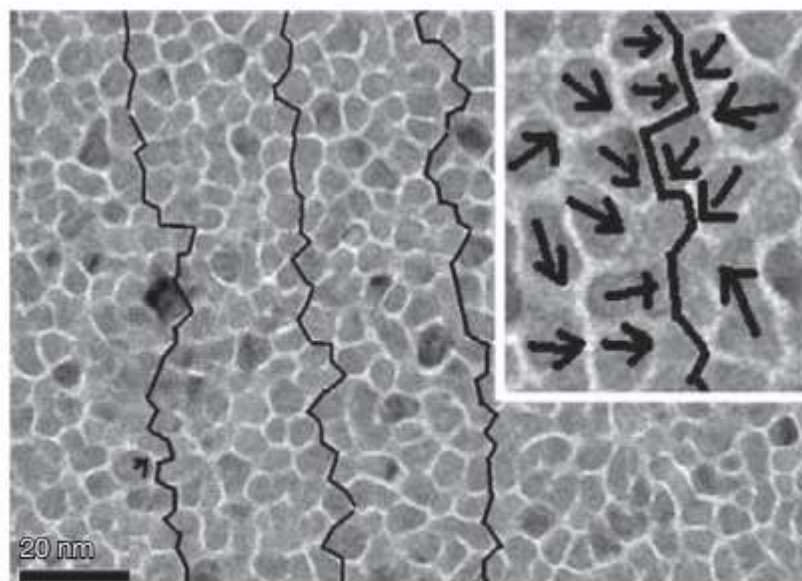


Рисунок 1.3 – Зображення границі бітів у гранульованому записуючому середовищі [5]

Якщо припустити, що середовище запису виготовлене таким чином, що магнітні зерна однорідно розташовані по всій площині диску, а зчитуюча головка досить чутлива щоб відчувати магнітне поле від одного зерна, то схема запису одного

біту інформації на одне магнітне зерно може бути реалізована. Проте, для цього необхідна надзвичайна однорідність магнітного середовища, що на даний момент надзвичайно складно досягти [5].

На даний момент розмір магнітного зерна в середовищі запису становить порядку 8 нм, а ширина зчитуючого сенсору порядку 80 нм. При цьому зерна мають різний розмір та розташовані хаотично. Тому зчитуючий сенсор не може зчитувати поле лише з одного магнітного зерна. До того ж сенсору необхідне достатньо сильне магнітне поле, яке може бути отримано лише від декількох магнітних зерен [5].

1.2.2 Перпендикулярний магнітний запис

Технологія перпендикулярного магнітного запису була розроблена в середині 1970-х років, як вирішення проблеми розмагнічуючих полів в записуючому матеріалі. В будь якій феро- або ферімагнітній системі існує розмагнічуюче поле, що направлене протилежно до намагніченості. Це розмагнічуюче поле H_d визначається як:

$$H_d = -N \cdot M, \quad (1.1)$$

де N – тензор розмагнічення;

M – вектор намагнічення.

Тензор розмагнічення залежить від форми та напрямку намагніченості магніту. Розмагнічуюче поле збільшується при зменшенні відстані між магнітними зарядами або полюсами магніту. Збільшення лінійної щільності запису інформації в технології поперечного магнітного запису супроводжується зменшенням відстані між полюсами магнітних доменів. Тому збільшення щільності повздовжнього магнітного запису супроводжується зростанням розмагнічуючих полів [5].

В 1975 році Івасакі та Такемура експериментально встановили, що використання товстіших магнітних шарів для повздовжнього запису призведе до

утворення колової намагніченості. Така намагніченість не спроможна створити достатню зчитуючу напругу при високій щільності запису. Вони висунули припущення, що технологія поперечного магнітного запису дозволить знизити розмагнічуючі поля при збільшенні щільності запису, а технологія поперечного магнітного запису стане новим кроком в напрямку більшої щільності запису [5].

Івасакі та Накамура розробили середовище для перпендикулярного магнітного запису на основі CoCr з лінійною щільністю запису 30 кбіт/дюйм при товщині записуючого шару 1000 нм. Така щільність запису значно перевищує можливості повздовжнього магнітного запису. Технологія швидко розвивалась протягом 30 років, а в 2008 році стала основною технологією магнітного запису інформації.

Комбінація однополюсної записуючої головки та записуючого середовища з магнітно-м'яким підшаром дозволяє значно підвищити щільність та якість поперечного магнітного запису у порівнянні з повздовжнім.

На рисунку 1.4 представлені спрощені схеми повздовжнього та поперечного магнітного записів. Запис інформації відбувається якщо прикладене магнітне поле перевищує коерцитивну силу середовища. В записуючому середовищі зерна мають різні енергетичні бар'єри через нерівномірність розмірів кристалітів та константи анізотропії. Тому, для запису на всі зерна, магнітне поле від записуючої головки повинно бути в два-три рази більше за коерцитивну силу матеріалу. При повздовжньому записі для запису використовується поле, що оточує полюса записуючої головки, яке вдвічі менше за поле в щілині між полюсами. В технології перпендикулярного магнітного запису для запису інформації використовується поле між полюсами головки. Це досягається завдяки використанню магнітно-м'якого підшару (ММП) та однополюсної головки. Магнітно-м'який шар є дуже магнітно проникним та працює як магнітне дзеркало. Це можна візуалізувати ніби записуюче середовище знаходиться в щілині між двома записуючими головками. Також запис технологією поперечного запису дозволяє використовувати середовища з більшим добутком залишкової намагніченості та товщини виробу $M_t t$

без втрати чіткості магнітних переходів та якості зчитування записаної інформації [5].

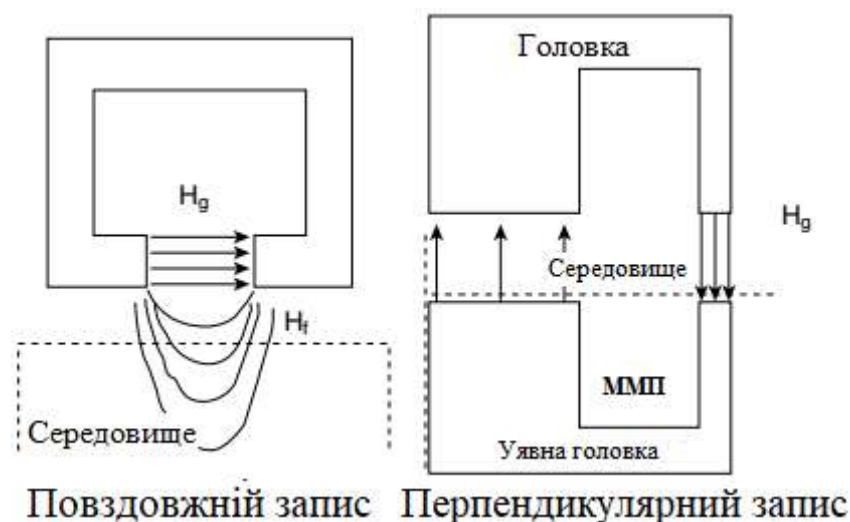


Рисунок 1.4 – Схема процесу запису інформації технологіями повздовжнього та поперечного запису [5]

1.2.3 Термічно активований запис

Наступним «кроком» у розвитку технології магнітного запису є технологія термічно активованого магнітного запису (ТАМЗ). Суть методу полягає в тому, що ділянка, на якій проводиться запис, нагрівається лазером до температури, близької до температури Кюрі (Write temp.). При цьому магнітні частинки отримують більше енергії і записуючій голівці потрібно генерувати поле меншої напруженості (рис. 1.5). Після запису ділянка швидко охолоджується і при температурі зберігання (Storage Temp.) в магнітному шарі розташовані частинки з більшою енергією, це означає що вони мають підвищену стабільність.

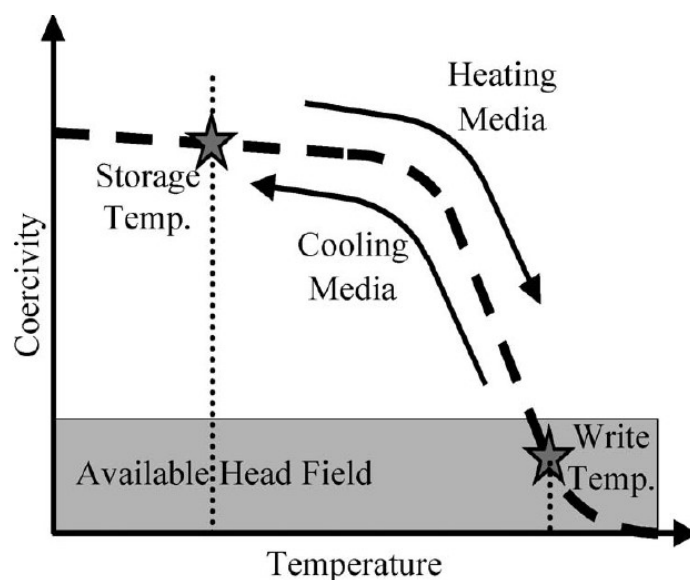


Рисунок 1.5 – Зміна магнітних властивостей при нагріві [7]

Впровадження цієї технології потребує використання в якості записуючого середовища принципово нових матеріалів з високим рівнем анізотропії. Прикладами таких сплавів є Fe₁₄Nd₂B, CoPt, FePt або Co₅Sm. Потенційна густина запису для різних матеріалів, як функція енергії магнітно-кристалічної анізотропії, представлена на рис. 1.6. Розрахунки проводились з міркувань, що термічний енергетичний бар'єр (формула 1.2) має бути більшим за 60 кВТ. Технологія ТАМЗ потребує використання записуючих головок принципово іншої технології.

$$E_B = K_u V \left(1 - \frac{4\pi M_s}{H_K} \right)^2, \quad (1.2)$$

де E_B – енергія термічного бар'єру, Дж;

K_u – енергія магнітно-кристалічної анізотропії, Дж/см³;

V – об'єм, см²;

M_s – намагніченість насичення, А/см;

H_K – коерцитивна сила, Ое[7].

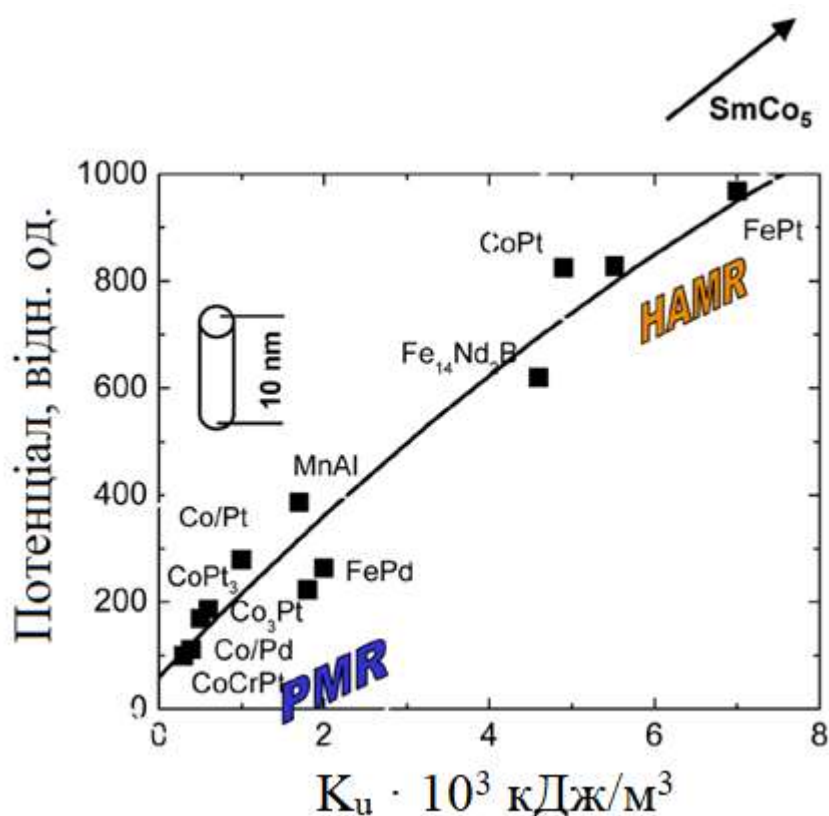


Рисунок 1.6 – Потенціал матеріалів в якості середовища магнітного запису [8]

В 2017 році компанія Seagate повідомила про створення перших комерційних жорстких дисків на основі технології ТАМЗ. Розроблений жорсткий диск має ємність понад 20 ТБ. Вже дев'ять років щільність запису інформації технологією ТАМЗ щорічно зростає на 30 % та на сьогоднішній день складає 2 Тбіт/дюйм² [4].

1.3 Перспективи FePd в якості середовища магнітного запису

Наночастинки на основі сплаву FePt або його аналогів, таких як CoPt та FePd, з тетрагональною впорядкованою структурою $L1_0$ є дуже перспективним матеріалом для використання в якості середовища надщільного магнітного запису. Такі наночастинки можуть бути отримані різними методами: електронно-променевим осадженням, магнетронним напиленням або методами хімічного розчинення. Магнітно-тверді властивості сплавів з структурою $L1_0$ забезпечуються впорядкованою тетрагональною структурою, яка сприяє збільшенню магнітно-

кристалічної анізотропії K_u до 10^6 Дж/м³. Висока одновісна магнітна анізотропія наночастинок дозволяє їм зберігати термічну стабільність навіть при дуже малих розмірах. Енергія магнітно-кристалічної анізотропії сильно залежить від ступеню впорядкованості системи, яка, в свою чергу, залежить від умов термічної обробки та хімічного складу сплаву [9]. В таблиці 1.1 наведені основні претенденти на роль середовища надщільного магнітного запису та їх головні магнітні характеристики, а саме: енергія мігнітно-кристалічної анізотропії K_u , намагніченість насичення M_s , поле анізотропії H_A та температура Кюрі T_c .

Таблиця 1.1 – Магнітні властивості матеріалів перспективних для надщільного магнітного запису [10, 11]

Матеріал	Структура	K_u , кДж/м ³	M_s , кА/м	H_A , кА/м	T_c , К
Co	ГЦП	540	1440	597	1404
Co ₃ Pt	ГЦП	2000	1100	2890	1200
CoCrPt	ГЦП	100–500	200–700	500–1600	~500
FePt	$L1_0$	7000	1140	9770	750
FePd	$L1_0$	1800	1100	2626	760
CoPt	$L1_0$	4900	800	9750	840
SmCo ₅	ГЦП	14000	910	24000	1000

Після отримання наночастинок FePt, CoPt та FePd мають неупорядковану структуру яка характеризується низькою енергією магнітно-кристалічної анізотропії, на відміну від упорядкованої структури. Наступна термічна обробка за температур понад 700 °С необхідна для формування упорядкованої $L1_0$ фази з високою коерцитивною силою, але при цьому відбувається об'єднання та ріст наночастинок. До того ж, термічна обробка за таких високих температур не є прийнятною для використання у промисловості. Тому проводяться дослідження спрямовані на пониження температури упорядкування цих сплавів, Встановлена ефективність легування додатковими елементами та зміна атмосфери термічної обробки [12-30].

Перевагою наночастинок на основі сплаву FePd є те, що температура впорядкування сплаву FePd на 100 °C нижча ніж в сплавах FePt та CoPt. Менша коерцитивна сила дозволяє використовувати слабші магнітні поля для запису. Енергія магнітно-кристалічної анізотропії впорядкованого сплаву FePd за кімнатної температури рівна $1,7 \cdot 10^6$ Дж/м³.

В роботі [12] був досліджений вплив температури ($T_s = 400$ °C – 800 °C) скляної підкладки Corning 1737 під час осадження та хімічного складу (Pd = 36 ат.% – 62 ат.%) на структурні та магнітні властивості тонких плівок на основі системи FePd. Встановлено, що в сплаві Fe₄₉Pd₅₁ впорядкована фаза L1₀-FePd починає формуватися при температурі підкладки 600 °C. При вищих температурах підкладки в сплаві співіснують фази A1 FePd та L1₀-FePd. При температурі підкладки 800 °C в сплавах з вмістом Pd менше 47 ат.% спостерігається формування неупорядкованої фази A1. В сплаві Fe₄₄Pd₅₆ спостерігається лише впорядкована фаза L1₀. Подальше збільшення концентрації Pd призводить до фазового перетворення L1₀ → L1₂ при якому різко погіршуються магнітні властивості.

Дослідження впливу товщини плівки сплаву Fe₄₇Pd₅₃ на процес формування впорядкованої фази L1₀ було проведено в роботі [21]. Плівки були напилені на скляні підкладки за кімнатної температури та були відпалені у вакуумі за температури 600 °C. Було встановлено, що за даної температури відпалу впорядкована фаза L1₀-FePd у плівці товщиною 90 нм починає формуватися на 5-й годині відпалу. Збільшення тривалості відпалу до 7 годин призводить до формування впорядкованої фази в усьому об'ємі зразка, при цьому спостерігається значний ріст зерен. Відпал за температури 600 °C плівок товщиною 22,5 нм та 45 нм не призводить до формування впорядкованої фази, в той час як в плівках з товщинами 67,5 нм та 90 нм спостерігається перебіг процесів впорядкування.

Робота [39] спрямована на дослідження закономірностей утворення впорядкованої фази L1₀-FePd в епітаксialьних тонких плівках Fe(001)/Pd(001) на підкладках монокристалічного MgO(001). Плівки товщиною 200 нм були термічно напилені на нагріті до температури 240 °C підкладки. Відпал зразків

проводився в інтервалі температур 300 °C – 550 °C з кроком 50 °C. Під час відпалу за температури 450 °C на межі поділу шарів Fe(001) та Pd(001) починають формуватися впорядковані фази $L1_0$ -FePd та $L1_2$ -FePd₃. Підвищення температури відпалу до 500 °C супроводжується збільшенням кількості впорядкованої фази $L1_0$ з віссю c направленою перпендикулярно до площини плівки. Збільшення тривалості відпалу до 10 годин супроводжується збільшенням кількості фази $L1_0$ -FePd, що викликає значне збільшення магнітно-кристалічної анізотропії. Подальше збільшення температури відпалу призводить до зменшення впорядкованості системи та формування неупорядкованого твердого розчину FePd, який не проявляє магнітно-кристалічної анізотропії.

В роботі [24] проводилось дослідження впливу хімічного складу наночастинок $L1_0$ -FeCuPd на магнітні властивості та структуру. Хімічний склад досліджуваних зразків можна виразити наступним співвідношенням $Fe_xCu_7Pd_{93-x}$ ($36 \leq x \leq 55$). Наночастинки були осаджені на підкладинки NaCl(001) нагріті до 400 °C. Для отримання впорядкованої $L1_0$ фази наночастинки були відпалені у високому вакуумі за температури 600 °C протягом 1 години. В наночастинках з вмістом (Fe + Cu) в межах 43 ат.% – 48 ат.% після термічної обробки спостерігається значна перпендикулярна магнітна анізотропія з коерцитивною силою понад 3 кЕ. Автори зазначають, що атоми Cu розчиняючись в Pd зменшують температуру плавлення, що призводить до збільшення коефіцієнтів дифузії, як відомо, вони обернено пропорційні температурі плавлення. В наночастинках з вмістом (Fe+Cu) понад 49 ат.% магнітна анізотропія практично відсутня. Це пов'язано з тим, що наночастинки складаються з двох фаз: $L1_0$ -FeCuPd та ГЦК Fe.

Дослідження впливу вмісту Cu (0 ат.%; 10 ат.%; 18 ат.%; 25 ат.%) на процеси впорядкування у плівках FeCuPd було проведено у роботі [33]. Плівки $[Cu/Fe(9 \text{ Å})/Pd(11 \text{ Å})]_5$ були термічно напилені на підкладинки Si(001)/SiO₂(400 нм) кімнатної температури. Після чого були піддані двоетапній термічній обробці: швидкий термічний відпал під потім азоту за температури 600 °C та наступний відпал у вакуумі за температури 700 °C тривалістю 1 година. Після швидкого

термічного відпалу зразок без міді майже цілком складається з неупорядкованої фази Al FePd та проявляє магнітно-м'які властивості. В той же час у зразку з додаванням Cu чітко спостерігається формування впорядкованої фази $L1_0$ -FePd та перпендикулярна магнітна анізотропія. Збільшення кількості Cu супроводжується збільшенням ступеня тетрагональності фази $L1_0$ та формуванням острівкової структури у плівках. Наступний відпал у вакуумі не призводить до збільшення кількості впорядкованої фази, але супроводжується утворенням вираженої текстури (001) у плівках з вмістом Cu 18 ат.% та 25 ат.%. При цьому плівка з вмістом Cu 10 ат.% має значну магнітну анізотропію. В зразках з більшим вмістом Cu відсутність магнітної анізотропії автори пояснюють значним зменшенням параметру c у ґратці $L1_0$ -FePd. Відпал у водні призводить до зміни морфології поверхні з острівкової на більш рівномірну з порожнинами. Автори зазначають, що морфологія поверхні плівок сильно залежить від вмісту Cu.

Робота [18] була спрямована на дослідження впливу Cu на процеси впорядкування в нанорозмірних плівках на основі FePd. Вихідними зразками при дослідженні були багат шарові плівки $[Cu(0,2 \text{ нм})/Fe(0,9 \text{ нм})/Pd(1,1 \text{ нм})]_5$ нанесені за кімнатної температури на чотири різні підкладки: MgO(100), Si(100), Si(111) та $SiO_2(100 \text{ нм})/Si(100)$, таким чином також проводилось дослідження впливу підкладки на процеси структурних перетворень у плівках. Зразки були піддані комплексній термічній обробці: швидкий термічний відпал тривалістю 90 с за температури 600 °C під потоком азоту для утворення однорідного сплаву FePd:Cu та наступний відпал у вакуумі за температури 700 °C тривалістю 1 година. Встановлено, що легування Cu сприяє розвороту осі легкого намагнічування c сплаву FePd в напрямку, перпендикулярному до площини плівки. Також додавання Cu призводить до зменшення параметру c , тим самим сприяє процесу формування тетрагональної фази $L1_0$ -FePd. Автори відзначають, що плівки напилені на підкладинки $SiO_2(100 \text{ нм})/Si(100)$ після термічної обробки не мають переважної орієнтації зерен, на відміну від інших підкладок, та мають найбільший приріст розміру зерен.

Дослідження впливу водневої обробки на перебіг структурного перетворення $A1 \rightarrow L1_0$ у наносплавi $AuCu$ проводилось в роботі [26]. Дослідження проводилось на наносплавi $Au_{55}Cu_{45}$ з розміром середнім кристалітів 3,4 нм. Встановлено, що при відпалі в атмосфері водню 100 кПа структурні перетворення протікають в 100 разів швидше ніж у вакуумі зі тієї ж температури. При цьому концентрація атомів водню у сплавi складає лише 0,027 атомів водню на атом металу, що вказує на те, що на процес впорядкування впливає дуже мала кількість атомів водню. Автори припускають що роль атомів водню не лише у створенні додаткових мікронапружень, а і у певних хімічних реакціях. Атоми Au та Cu мають малу спорідненість з воднем, в сплавах з Pt , Pd та V вплив водню на процеси структурних перетворень може бути сильнішим за рахунок більшої спорідненості з воднем.

В роботі [27] проведено дослідження впливу обробки в атмосфері водню на процеси впорядкування у нанорозмірних плівках $FePt$. Встановлено, що відпал в атмосфері водню з тиском 10 МПа за температури 400 °С протягом 3 х годин призводить до формування впорядкованої фази $L1_0$. Обробка при вищих температурі та тиску супроводжується зростанням кристалітів до 18 нм. При термічній обробці за температури 240 °С та тиску водню понад 40 кПа спостерігаються ознаки впорядкування, при цьому пригнічується ріст кристалітів.. Автори вказують на те, що атоми водню, знаходячись в кристалічній ґратці наночастинок $FePt$ сприяють дифузії атомів металів для усунення викривлень тетрагональної ґратки, що пришвидшує перетворення $A1 \rightarrow L1_0$.

1.4 Діаграми стану системи

1.4.1 Діаграми стану $FePd$, $PdCu$ та $CuFe$

Як видно з рисунку 1.7 Pd та Fe необмежено розчинні в рідкому стані. При зниженні температури сплави кристалізуються з утворенням неперервного ряду твердих розчинів аустенітного класу. Лінії ліквідуса та солідуса перетинаються в точці мінімуму при температурі 1304 °С та концентрації Pd 48 ат.% [39].

Максимальна температура існування FePd_3 складає 820°C , що вище за максимальну температуру існування FePd (790°C). Дві впорядковані фази формують евтектоїд при температурі 760°C та вмісті Pd $61,5\%$. Область одночасного існування обох фаз знаходиться в інтервалі концентрацій Pd $60,2\%$ – $62,6\%$.

Сполука FePd являє собою надструктуру та має гранецетровану кубічну ґратку типу CuAu з параметрами $a = 3,852 \text{ \AA}$ та $c = 3,723 \text{ \AA}$ ($c/a = 0,9664$). Параметри ґратки отримані для сплаву з вмістом Pd $51,9 \text{ ат.}\%$ відпаленого за температури 650°C . Збільшення вмісту Pd та зменшення температури відпалу призводить до зменшення співвідношення c/a [40].

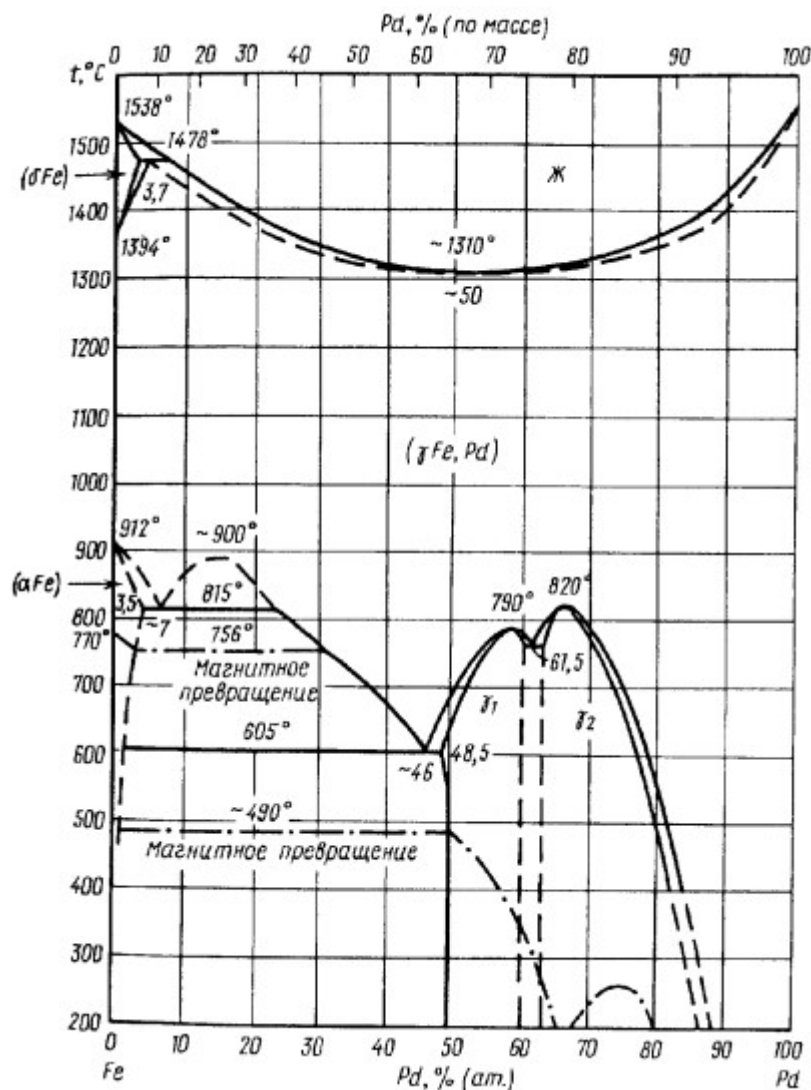


Рисунок 1.7 – Діаграма стану системи Fe-Pd [40]

Припускається існування в системі сполуки Fe_3Pd (38,9 % Pd), але експериментального підтвердження цьому немає [40].

На рисунку 1.8 представлена діаграма стану системи Cu-Fe. В системі встановлено існування двох перитектичних реакцій та одного евтектоїдного процесу. Границі областей γ - та α - фаз встановлені не точно, тому позначені пунктиром. α фаза являє собою твердий розчин на основі α заліза, має ОЦК ґратку, параметри якої залежать від вмісту Cu. При концентрації Cu 0,75 ваг.% $a = 2,8617 \text{ \AA}$.

Розчинність Fe в Cu при температурах 800 °C та 700 °C складає 1,02 ат.% та 0,57 ат.%, відповідно. Розчинність Cu в γ -Fe за температури 925 °C складає 3,68 ат.%. Розчинність Cu в α -Fe за температур 690 °C та 600 °C складає, відповідно, 0,43 ат.% та 0,13 ат.% [39].

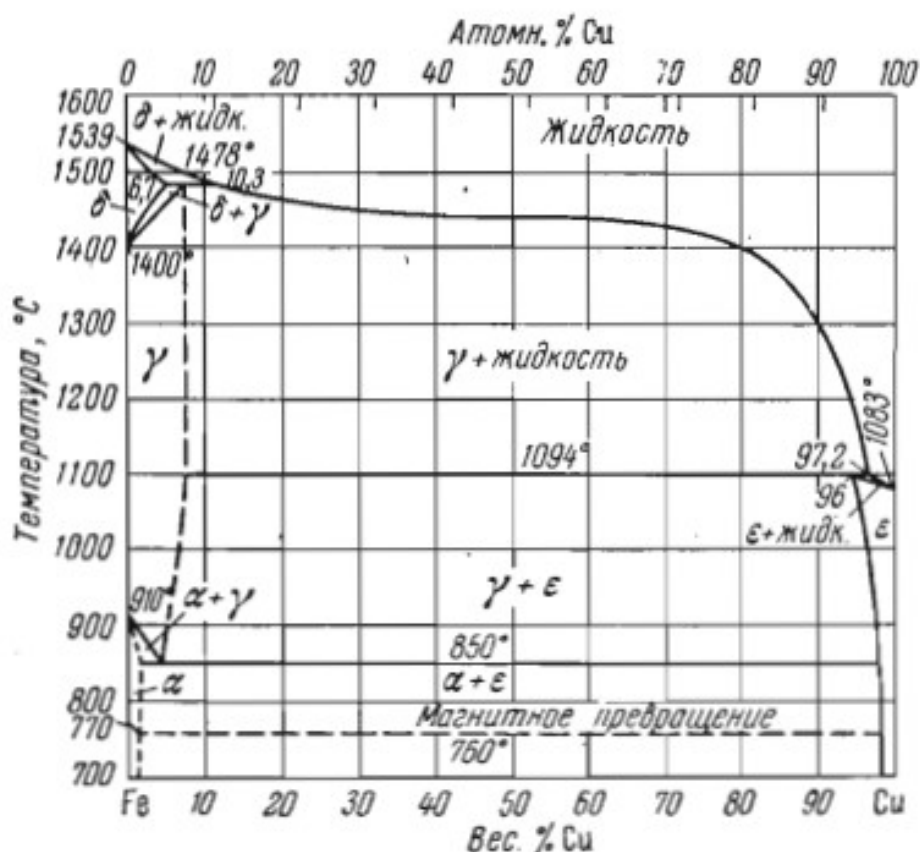


Рисунок 1.8 – Діаграма стану системи Fe-Cu [40]

Діаграма стану системи Cu-Pd характеризується утворенням при кристалізації неперервного ряду твердих розчинів (рис. 1.9). Також спостерігається формування впорядкованих структур основаних на стехіометричних складах Cu_3Pd (35,89 ат. % Pd) та CuPd (62,68 ат. % Pd).

Раніше припускалось, що структура Cu_3Pd відноситься до типу Cu_3Au ($L1_2$) в усьому інтервалі концентрацій. Але в сплавах з вмістом Pd 22 ат. % – 25 ат. % спостерігалось формування тетрагональної структури, кількість якої зростала з зниженням температури. Співвідношення c/a складає приблизно 0,986 ($a = 3,714 \text{ \AA}$). Сплави з вмістом Pd в межах 10 ат. % – 19 ат. % мають ґратку типу Cu_3Au , наявність двофазної перехідної області експериментально не була встановлена.

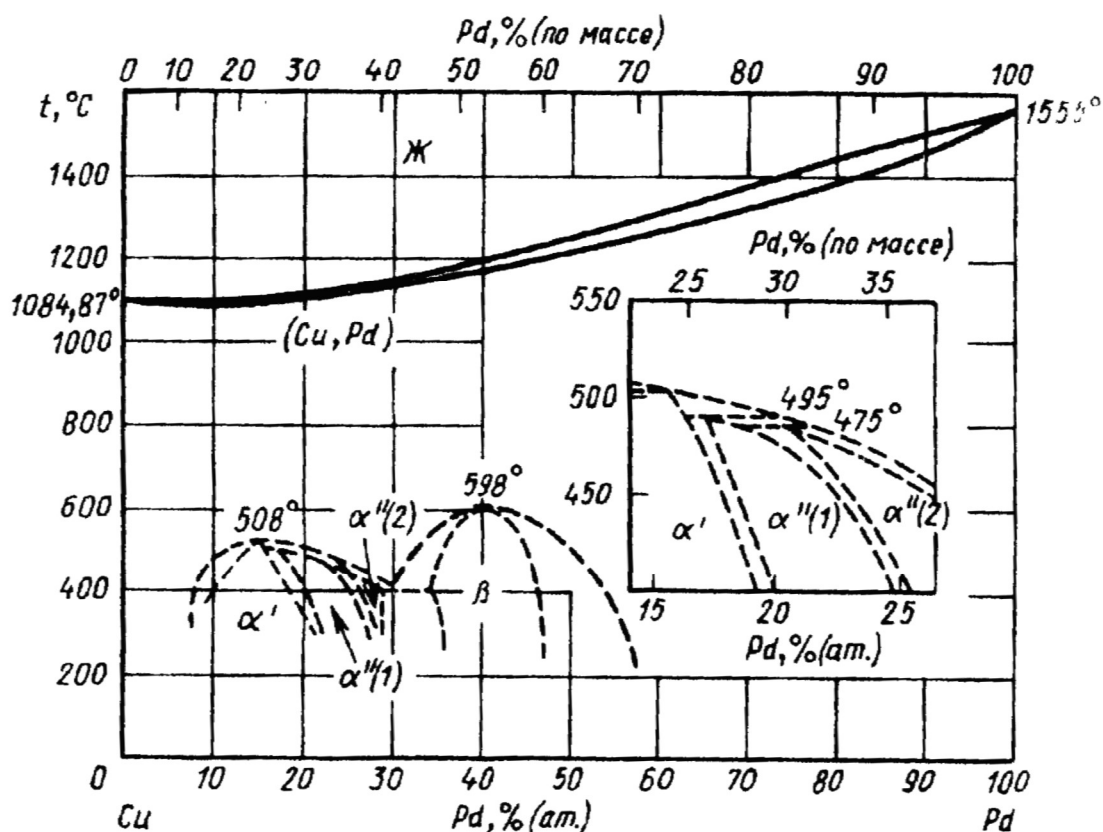


Рисунок 1.9 – Діаграма стану системи Cu-Pd [39]

1.4.2 Діаграми стану FeH та PdH

Діаграма стану системи Fe-H побудована з експериментальних даних досліджень впливу H на положення критичних точок заліза та розчинення водню в α -, γ -, δ - та рідкому залізі (рис. 1.10). Діаграма стану побудована для тиску водню менше 10 МПа, тобто в межах дії закону Сівертса. Діаграма побудована не в масштабі, тому ще області існування твердих розчинів H в залізі вузькі при тиску 10 МПа, а зсув точок відносно невеликий. На діаграмі експериментальні криві позначені суцільними лініями, а теоретичні – пунктирними [41].

На діаграмі вказана можливість утворення гідридів заліза FeH, FeH₂, FeH₃, хоча їх існування залишається під питанням. Гідрид FeH стабільний до температури 150 °С, а гідриди FeH₂ та FeH₃ розпадаються за температури 60 °С.

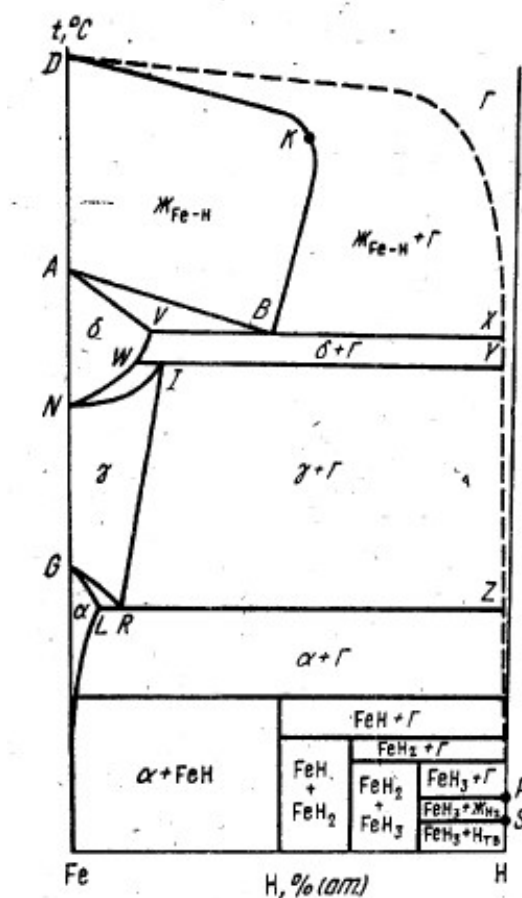


Рисунок 1.10 – Діаграма стану системи Fe-H при тиску до 10 МПа [41]

Повна діаграма системи Pd-H ще не побудована. Встановлена широка область розшаровування при низьких температурах (рис. 1.11). Дуже мало відомостей встановлено про взаємодію елементів при температурах, близьких до температур плавлення Pd.

За кімнатної температури Pd активно поглинає H. При цьому абсорбція супроводжується формуванням фаз α та β , які мають кристалічну ґратку вихідного чистого металу (ГЦК). Це відрізняє паладій від інших елементів. Твердий розчин α має ГЦК структуру з параметром ґратки 0,3894 нм при вмісті H 4,7 ат.%. Фази α та β знаходяться в рівновазі в діапазоні концентрацій H 4,7 ат.% – 39 ат.%. Фаза β має кубічну структуру сильно розупорядкованого типу NaCl з областю гомогенності в якій параметр ґратки приблизно рівний 0,405 нм. При температурі 300 °C та тиску більше 2 МПа Pd та H утворюють неперервний ряд твердих розчинів [39].

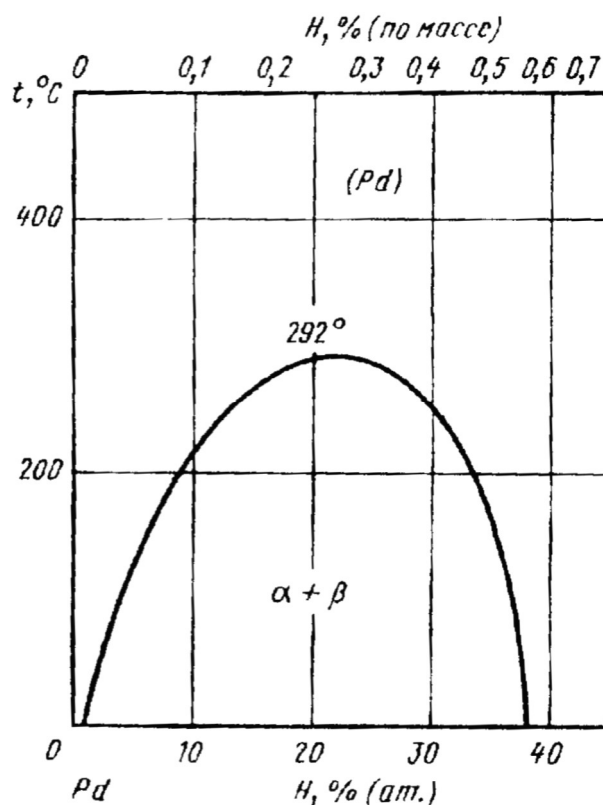


Рисунок 1.11 – Діаграма стану системи PdH [39]

1.5 Висновки до розділу 1

Актуальною задачею сучасного тонкоплівкового матеріалознавства є створення магнітних матеріалів з високою магнітною анізотропією для використання в якості середовища надщільного магнітного запису.

Нанорозмірні плівкові композиції на основі FePd з впорядкованою магнітно-твердою фазою $L1_0$ -FePd є перспективним матеріалом для використання в якості середовища надщільного запису. Для отримання впорядкованої фази $L1_0$ необхідна термічна обробка за температур вище 600 °C.

Легування плівкових композицій такими хімічними елементами як Au, Ag, Cu та зміна атмосфери термічної обробки дозволяє знизити температуру формування впорядкованої фази та керувати кристалічною орієнтацією зерен.

2 МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИКА

2.1 Матеріали та термічна обробка

Для дослідження впливу термічної обробки в атмосфері водню на структуру та магнітні властивості в системі FeCuPd було підготовлено три серії зразків. Плівкові композиції осаджувалися на підкладинки термічно окисненого монокристалічного кремнію $\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ та $\text{SiO}_2(200 \text{ нм})/\text{Si}(001)$.

Перша серія зразків являє собою нанорозмірну плівку сплаву $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}$ товщиною 5 нм. Для дослідження впливу легування міді додавався підшар Cu товщиною 0,3 нм та 0,6 нм. Відпал в атмосфері водню проводився за температур 600 °C та 650 °C протягом 1 години.

Друга та третя серії зразків являють собою шаруваті плівкові композиції $\text{Pd}(6 \text{ нм})/\text{Cu}(0 \text{ нм}; 0,2 \text{ нм}; 0,4 \text{ нм})/\text{Fe}(4,6 \text{ нм})$ та $\text{Pd}(7 \text{ нм})/\text{Cu}(0 \text{ нм}; 0,2 \text{ нм}; 0,4 \text{ нм})/\text{Fe}(5 \text{ нм})$. В плівкових композиціях без проміжного шару міді також змінювалися положення шарів Pd та Fe. Плівкові композиції були відпалені в атмосфері водню в інтервалі температур 600 °C – 700 °C, тривалість відпалу складала 1 годину. Також в якості попередньої термічної обробки використовувався швидкий відпал в атмосфері азоту за температур 600 °C та 650 °C тривалістю 90 секунд.

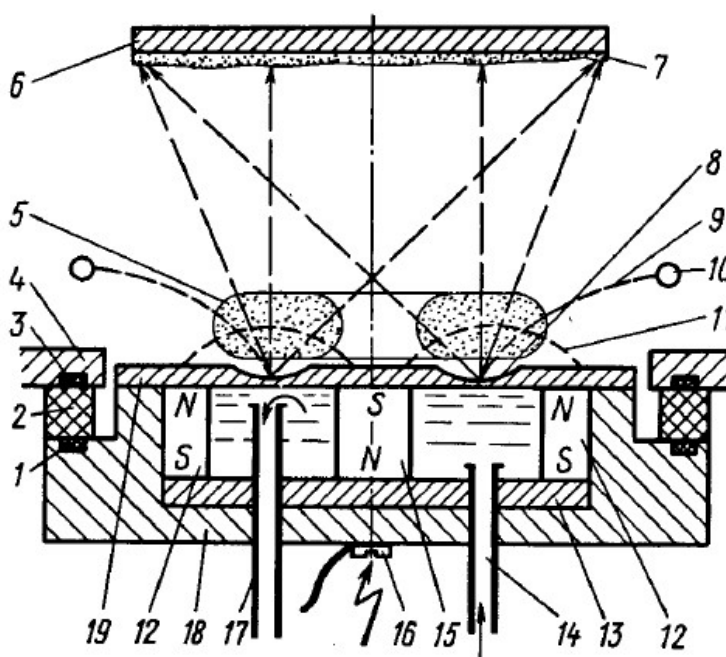
2.1.1 Магнетронне осадження

Магнетронні системи іонного розпилення являють собою удосконалені діодні системи і відрізняються від них тільки наявністю в прикатодній області електричного та магнітного полів, направлених перпендикулярно один одному.

Електрони, що емітують з катоду під дією іонного бомбардування, знаходяться у пастці, утвореній магнітним полем, і не можуть досягти аноду. Під одночасним впливом електричного та магнітного полів електрон описує траєкторію подібну до циклоїди. Це значно збільшує кількість іонів у прикатодній

зоні, тим самим збільшується інтенсивність бомбардування катоду та швидкість його розпилення.

Принцип дії магнетронної розпилювальної системи показаний на рис. 2.1. Основними елементами пристрою є – катод-мішень, анод і магнітна система. При подачі негативного потенціалу на катод у прикатодній зоні утворюється зона схрещених магнітного і електричного полів. Електрони, що знаходяться під дією цих полів, знаходяться у «пастці», утвореній магнітним полем та поверхнею катоду, та рухаються по складній траєкторії, подібній до циклоїди, іонізуючи газ. В результаті виникає тліючий розряд і над поверхнею катоду утворюється кільцеподібна зона плазми. При цьому позитивно заряджені іони пришвидшуються в напрямку катоду, бомбардують його та розпилюють його поверхню в так званій зоні ерозії. Частинки матеріалу, що покинули мішень, осаджуються у вигляді плівки на підкладці та частково розсіюються молекулами залишкового газу і осаджуються на поверхні робочої камери. Тиск у камері в межах 1,33 Па [42-43].



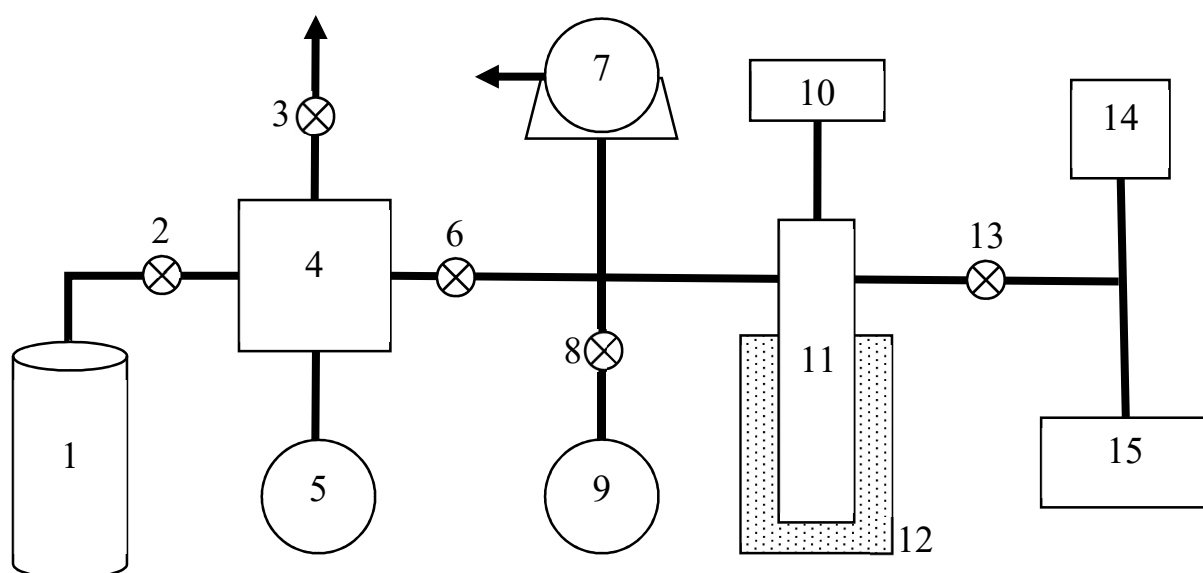
1, 3 – ущільнюючі підкладки, 2 – ізолююче кільце, 4 – фланець камери, 5, 8 – зони плазми та ерозії, 6 – підкладка, 7 – тонка плівка, 9, 11 – електричне та магнітне поля, 10 – анод, 12, 15 – периферійні та центральні магніти, 13 – основа магнітного блоку, 14, 17 – трубки подачі та зливу води, 16 – зажим, 18 – корпус, 19 – мішень

Рисунок 2.1– Схема кільцевого планарного магнетрону [42]

2.1.2 Термічна обробка зразків

Термічна обробка зразків проводилась у трьох режимах: відпал в атмосфері водню, швидкий термічний відпал в азоті та їх комбінація з постійною температурою.

Відпал у захисній атмосфері водню проводився в установці типу Сівертса, тиск водню складав 0,5 атм. Відпал проводився за температур 600 °С, 650 °С та 700 °С протягом однієї години. Швидкості нагріву складала 1 °С/с. Схема установки зображена на рисунку 2.2.



1 – балон з воднем; 2, 3, 6, 8 – вентилі високого тиску; 5, 9 – манометри; 4 – калібрувальний ресивер; 7 – газовий лічильник ГСБ-400; 10 – термопара хромель-алюмель та мілівольтметр Щ4313; 11 – робоча камера; 12 – трубчаста електродіод СУОЛ-0,15.2/12 МР; 13 – вакуумний кран; 14 – вакуумметр ВИТ-2; 15 – пластинчасто-роторний вакуумний насос ЗНВР-1Д

Рисунок 2.2 – Експериментальна установка типу Сівертса

Швидкий термічний відпал (ШТВ) зразків проводився в печі A.S.T. elektronik GmbH. ШТВ проводився у печі під постійним потоком азоту за температур 600 °С

та 650 °C протягом 90 с. Швидкості нагріву та охолодження складали 400 °C/с та 60 °C/с, відповідно. Схематичне зображення робочої камери печі представлено на рисунку 2.3.

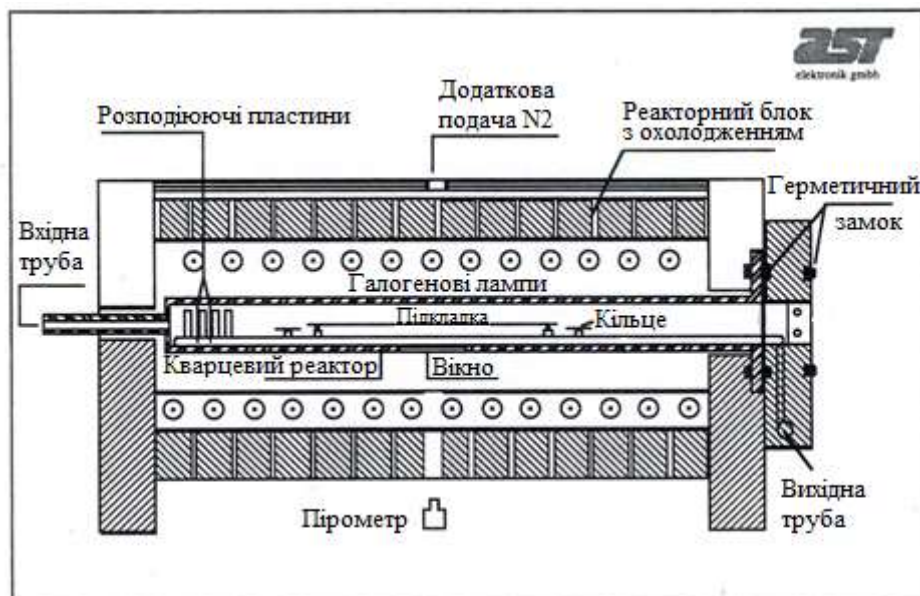


Рисунок 2.3 – Схема робочої камери печі A.S.T. elektronik GmbH [44]

2.2 Методика дослідження

2.2.1 Рентгеноструктурний фазовий аналіз

Рентгеноструктурний фазовий аналіз зразків проводився на дифрактометрах ULTIMA IV (Rigaku) та Seifert XRD 3003 PTS. Для зйомки використовувалось випромінювання мідного аноду $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,54178 \text{ \AA}$), прискорююча напруга – 40 кВ, анодний струм – 40 мА.

Рентгеноструктурний аналіз є прямим методом визначення фазового та структурного складу матеріалу. Суть методу полягає у прецизійному визначенні міжплощинних відстаней кристалічної структури зразка, що дає достатньо інформації для визначення фазового складу. Перевагами цього методу є висока достовірність результатів та швидкість їх отримання, відносна дешевизна експерименту без руйнування зразку.

Кожна кристалічна фаза характеризується певним унікальним набором міжплощинних відстаней d/n . З рівняння Вульфа-Брегга (формула 2.1) витікає, що кожному значенню міжплощинної відстані на дифрактограмі від полікристалічного зразку відповідає максимум під певним кутом Θ (при постійній довжині хвилі випромінювання λ) [45]:

$$2d \sin \Theta = \frac{n}{\lambda} \quad (2.1)$$

Отже, знаючи довжину хвилі рентгенівського випромінювання та визначивши положення дифракційних максимумів на дифрактограмі можна розрахувати відповідні міжплощинні відстані. Знаючи міжплощинні відстані та відносні інтенсивності відповідних рефлексів за допомогою бази даних ASTM, або подібних, однозначно визначаємо фазовий склад зразку.

Розрахунок параметрів елементарних комірок гранецентрованої кубічної та гранецентрованої тетрагональної сингоній проводиться за наступними формулами:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{H^2 + K^2 + L^2}{a^2}, \quad (2.2)$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{H^2 + K^2}{a^2} + \frac{L^2}{c^2}, \quad (2.3)$$

де d – міжплощинна відстань, Å;

H, K, L – індекси площин;

a, c – параметри ґратки, Å [45].

Розміри областей когерентного розсіювання були розраховані для оцінки розмірів кристалітів у плівці. Розрахунок проводився за формулою Дебая-Шеррера із величини уширення дифракційного максимуму.

$$d = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta}, \quad (2.4)$$

де d – середній розмір кристалітів;

$k = 0,9$ – коефіцієнт;

λ – довжина хвилі випромінення, що використовується, Å;

β – ширина піка на половині висоти, рад.;

θ – кут дифракції, град. [45].

Рентгеноструктурний фазовий аналіз тонких полікристалічних плівок має декілька особливостей в порівнянні з аналізом масивних об'єктів. На дифрактограмі можуть бути присутні максимуми від підкладинки, а у випадку багатошарових композицій – відбиття від декількох кристалічних шарів. В плівках часто присутня аксіальна текстура, яка має значний вплив на відносну інтенсивність дифракційних рефлексів. Також рентгеноструктурний аналіз тонких плівок може не виявити фазу, кількість якої мала за абсолютним значенням, хоча відсотковий вміст може бути досить високим. Ці фактори є джерелами неоднозначностей при визначенні фазового складу плівок.

2.2.2 SQUID магнітометрія

Оцінка магнітних властивостей плівок проводилась за допомогою магнетометру Quantum Design MPMS SQUID VSM. Вимірювання проводились за стабільної температури 300 К в магнітному полі від -7 кЕ до +7 кЕ. Для пришвидшення процесу дослідження записувалась лише половина петлі магнітного гістерезису з 70 точок.

На рисунку 2.4 зображена спрощена схема реєструючої SQUID системи. Три надпровідні реєструючі котушки утворюють градіометр другого порядку. Зовнішні котушки обернені в іншу сторону, завдяки цьому система є нечутливою до зовнішнього магнітного поля. Струм у реєструючих котушках утворюється лише під дією локального збуджуючого магнітного поля.

Струм у реєструючих котушках індуктивно взаємодіє з SQUID, який працює як надзвичайно чутливий перетворювач струм-напруга. Необхідно відмітити, що зворотній струм від SQUID компенсує струм у реєструючих котушках, тому фактичного струму там немає, цей же зворотній струм створює напругу для аналізу. Ця напруга підсилюється, оцифровується та оброблюється цифровими інструментами [46].

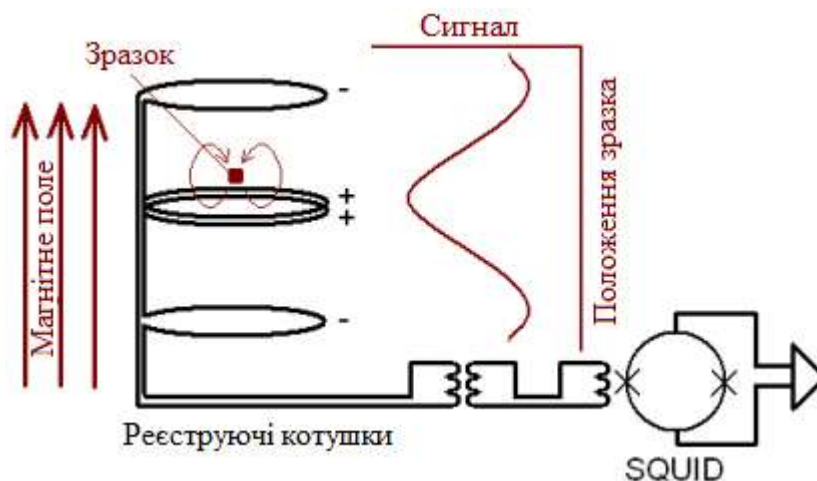


Рисунок 2.4 – Спрощена схема реєструючої системи приладу MPMS SQUID VSM [46]

Техніка вимірювання дозволяє швидко та точно виділяє сигнал зразка від інших джерел шуму, включаючи блукаючі SQUID сигнали та механічні шуми від коливання зразка.

2.2.3 Атомно-силова мікроскопія

Морфологія поверхні досліджувалась за допомогою модифікованого атомно-силового мікроскопу Digital instruments (Dimension 3000).

Принцип дії атомно-силового мікроскопу базується на реєстрації сили взаємодії гострого зонду, з радіусом заокруглення порядку 10 нм, та поверхні досліджуваного матеріалу. Перевагами АСМ у порівнянні з скануючим тунельним мікроскопом є те, що можна досліджувати поверхню не тільки металів та

напівпровідників, а ще й діелектриків, а також можливість працювати на повітрі або в рідині.

В основі роботи АСМ лежить визначення енергії Ван-дер-Ваальсівської взаємодії двох атомів, що знаходяться на відстані r один від одного, як правило її апроксимують потенціалом Ленарда-Джонса:

$$U_{LD}(r) = U_0 \left[-2 \left(\frac{r_0}{r} \right)^6 - \left(\frac{r_0}{r} \right)^{12} \right] \quad (2.5)$$

де, U_0 – значення енергії в мінімумі;

r_0 – рівноважна відстань між атомами [47].

Отримання АСМ зображень рельєфу поверхні пов'язано з реєстрацією малих викривлень пружної консолі (кантилеверу) зондового датчика, на рисунку 2.5 зображена блок схема реєструючої системи атомно-силового мікроскопу.

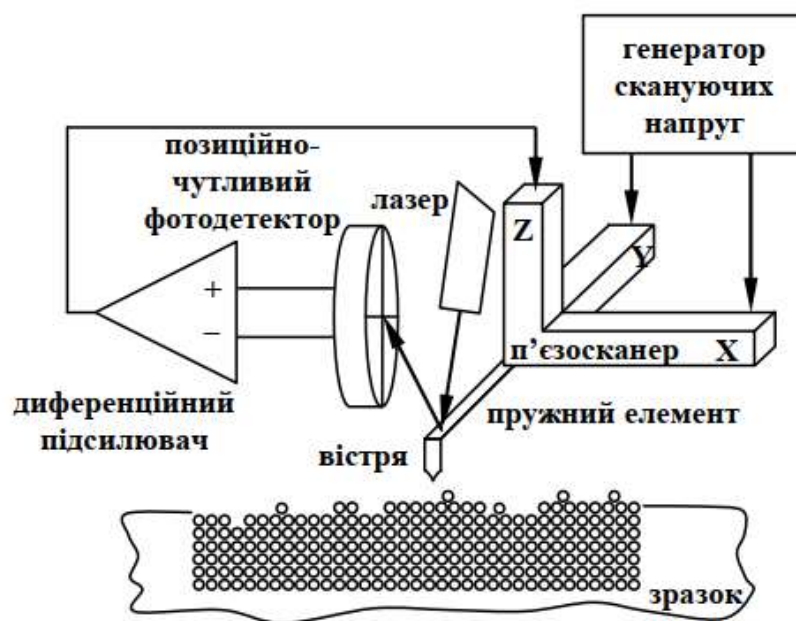


Рисунок 2.5 – Принципова блок-схема АСМ в контактному режимі [47]

Дослідження морфології поверхні за допомогою АСМ може проводитись у двох режимах, залежно від принципу руху кантилевера зондового датчика: контактному та динамічному.

В контактному режимі зонд атомно-силового мікроскопу знаходиться у фізичному контакті з зразком. Кантилевер викривляється відповідно до змін топографії поверхні зразка. В цьому режимі сила відштовхування компенсує дві сили, що притискають зонд до поверхні зразка: пружні сили самого кантилевера та капілярні сили, що виникають через наявність тонкого шару води на поверхні при скануванні на повітрі.

При скануванні у динамічному режимі зонду надаються коливальний рух з власною резонансною частотою кантилевера ω_0 . Параметри вимушених коливань (амплітуда, частота та ін.) залежать від середньої відстані між вістрям зонду та поверхнею зразка. Динамічні методи дослідження поділяють на два типи, залежно від реєстрованого параметру: амплітудно-модульована атомно-силова мікроскопія та частотно-модульована атомно-силова мікроскопія.

2.3 Висновки до розділу 2

Нанорозмірні плівкові композиції отримані методом магнетронного осадження. Термічна обробка зразків проводилась в двох режимах: швидкий термічний відпал в атмосфері азоту та термічний відпал в атмосфері водню. Дослідження кристалічної структури плівкових композицій проводилось методом рентгеноструктурного фазового аналізу, магнітні властивості досліджені методом SQUID, морфологія поверхні оцінена за допомогою атомно-силової мікроскопії. Обрані експериментальні методи дають змогу в достатній мірі оцінити фазовий склад та структуру плівкових композицій та їх вплив на магнітні властивості.

3 РЕЗУЛЬТАТИ ТА ОБГОВОРЕННЯ

3.1 Структура та магнітні властивості плівкових композицій $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}(5\text{-}x \text{ нм})/\text{Cu}(x)$ ($x = 0 \text{ нм}; 0,3 \text{ нм}; 0,6 \text{ нм}$) після відпалу в атмосфері водню

На рисунку 3.1 зображені дифракційні картини від плівок $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}(5 \text{ нм})$ після осадження та відпалу в атмосфері водню. Після напилення спостерігається слабкий рефлекс (111) від неупорядкованої фази A1 FePd. Відпали в атмосфері водню за температур 600 °C та 650 °C призводять до збільшення інтенсивності рефлексу (111), що вказує на формування у фазі A1 FePd текстури (111).

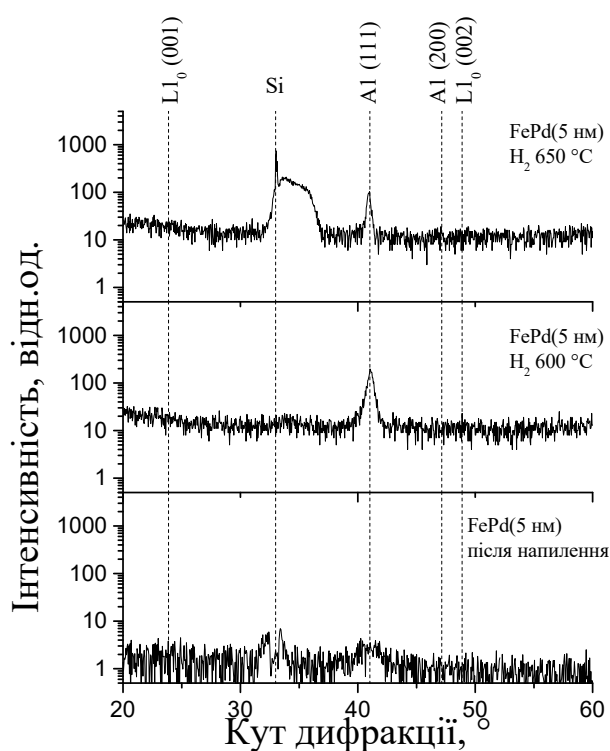


Рисунок 3.1 – Дифракційні картини від плівок $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}(5 \text{ нм})$ після осадження та відпалу в атмосфері водню, випромінювання $\text{Cu } k_{\alpha}$

Під час напилення в плівкових композиціях $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}(5\text{-}x \text{ нм})/\text{Cu}(x \text{ нм})$ ($x = 0,3 \text{ нм}; 0,6 \text{ нм}$) формується неупорядкована фаза A1 FePd (рис. 3.2). На дифрактограмі плівкової композиції $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}(4,7 \text{ нм})/\text{Cu}(0,3 \text{ нм})$ після відпалу в атмосфері водню за температури 600 °C спостерігається слабкий рефлекс (002), що вказує на початок формування впорядкованої фази $L1_0\text{-FePd}$, кількість якої

збільшується при підвищенні температури відпалу до 650 °С. Атоми Cu, розчиняючись в кристалічній ґратці сплаву FePd послаблюють зв'язки між атомами Fe та Pd, що призводить до пришвидшення дифузійних процесів впорядкування у плівках. В плівковій композиції з підшаром Cu товщиною 0,6 нм формування впорядкованої фази $L1_0$ відбувається від час відпалу за температури 650 °С. На це вказує поява надструктурних рефлексів (001) та (002), зсув яких в бік більших кутів викликаний розчиненням атомів Cu в кристалічній ґратці FePd.

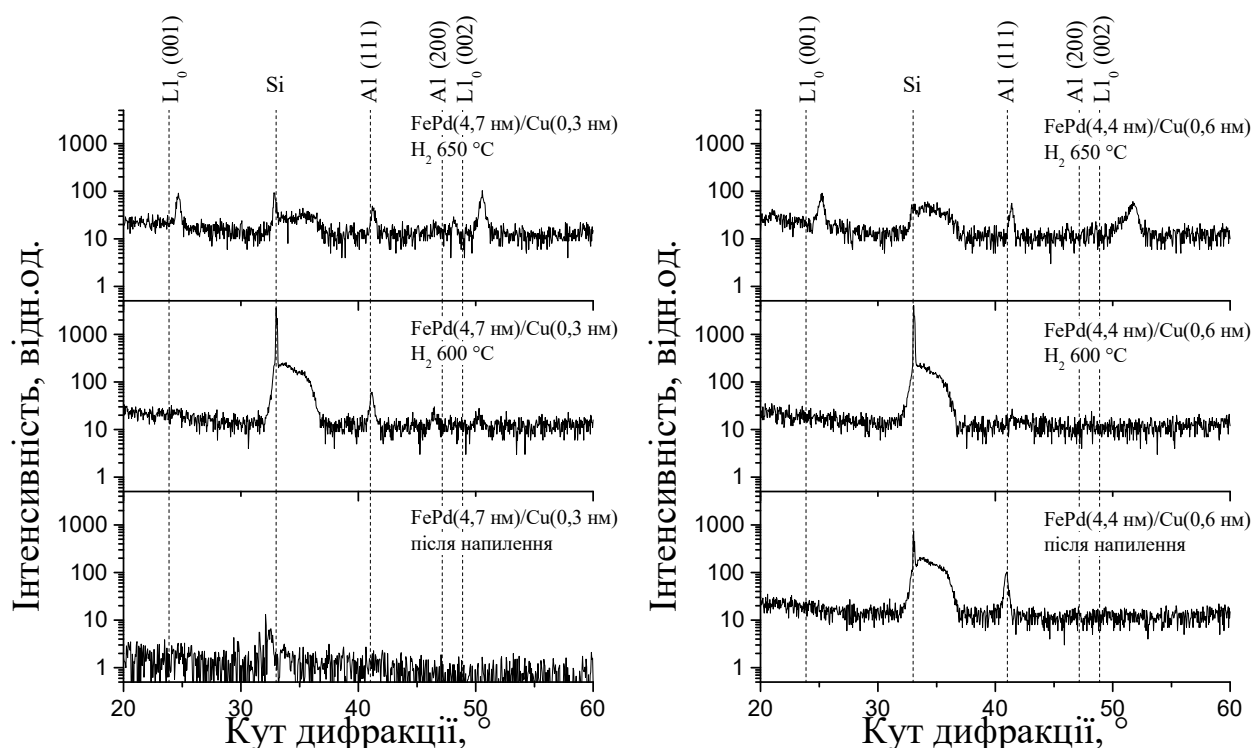


Рисунок 3.2 – Дифракційні картини від плівок $Fe_{50}Pd_{50}(5-x \text{ нм})/Cu(x \text{ нм})$ ($x = 0,3 \text{ нм}; 0,6 \text{ нм}$) після осадження та відпалу в атмосфері водню, випромінювання $Cu \text{ } k_{\alpha}$

На рисунку 3.3 зображено залежність параметрів a та c кристалічної ґратки фази $L1_0$ від товщини підшару Cu після відпалу в атмосфері водню за температури 650 °С. Зі збільшенням товщини підшару Cu параметр ґратки a дещо збільшується. Параметр c менший за теоретичне значення та зменшується зі збільшенням товщини підшару Cu. Збільшення товщини підшару Cu призводить до зменшення співвідношення параметрів ґратки c та a (рис. 3.4), що вказує на збільшення

тетрагональності кристалічної структури фази $L1_0$ -FePd. Це вказує на те, що атоми Cu сприяють формуванню тетрагональної структури, та, можливо, займають певні визначені положення в кристалічній ґратці фази $L1_0$ -FePd.

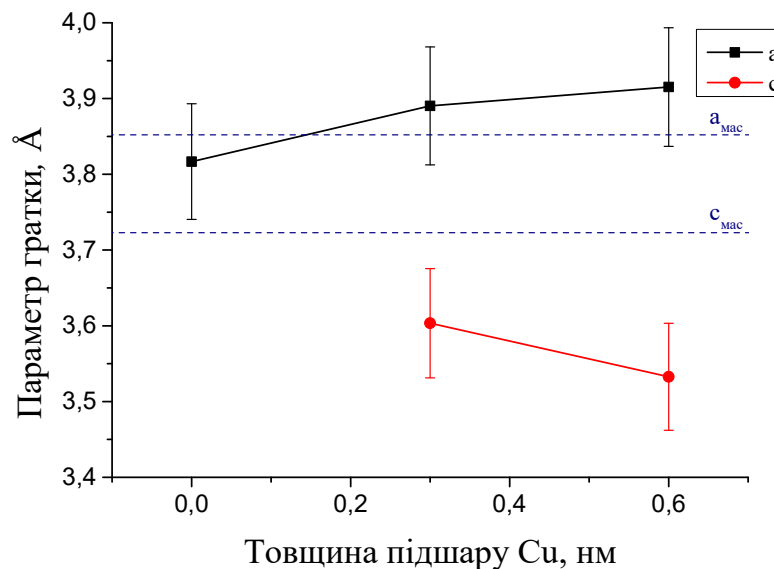


Рисунок 3.3 – Залежність параметрів ґратки a та c фази FePd від товщини підшару Cu після відпалу в атмосфері водню за температури 650 °C

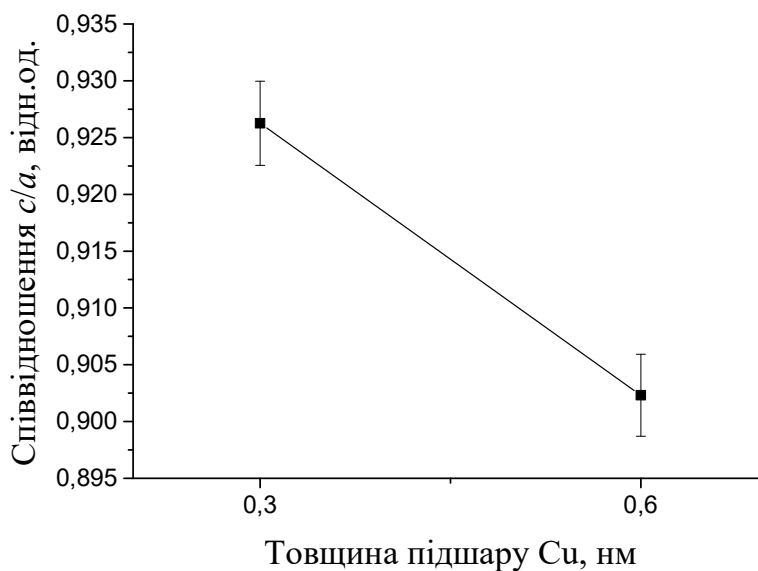


Рисунок 3.4 – Залежність співвідношення c/a фази $L1_0$ -FePd від товщини підшару Cu після відпалу в атмосфері водню за температури 650 °C

З залежності співвідношення інтенсивностей рефлексів (001)/(002) від товщини підшару Cu після відпалу в атмосфері водню за температури 650 °С (рис.3.5) можна зробити висновок, що збільшення кількості міді в плівковій композиції сприяє формуванню впорядкованої фази $L1_0$ -FePd. Атоми Cu, розчиняючись в кристалічній ґратці FePd послаблюють зв'язки між атомами Fe та Pd, що полегшує перебіг дифузійних процесів впорядкування. При цьому зменшення відношення інтенсивностей рефлексів (001)/(111) вказує на те, що напрям вісі легкого намагнічування c лежить в площині плівки.

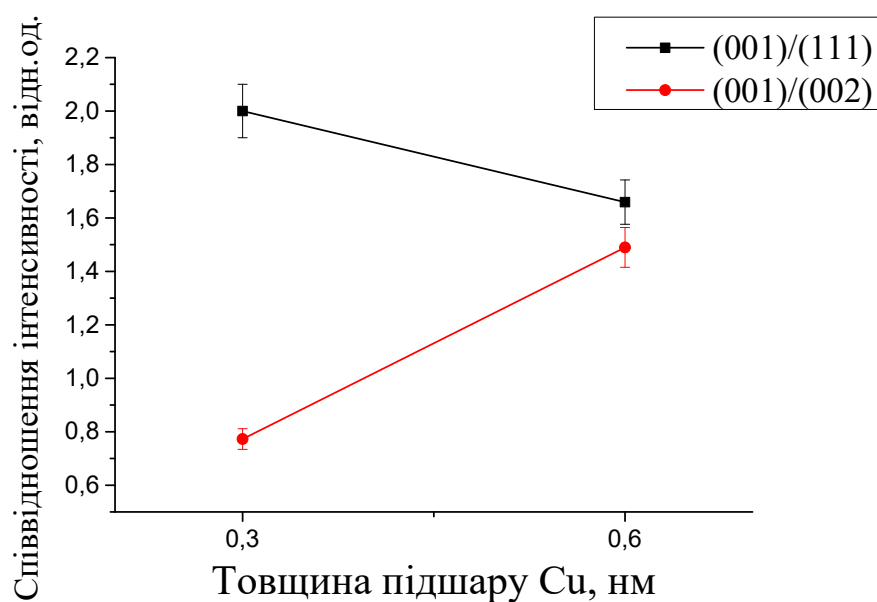


Рисунок 3.5 – Співвідношення інтенсивностей рефлексів (001)/(111) та (001)/(002) фази $L1_0$ після відпалу в атмосфері водню за температури 650 °С

Додавання підшару Cu призводить до росту ОКР з 26 нм до 33 нм після відпалів в атмосфері водню за температури 650 °С (рис. 3.6). Це вказує на те, що пришвидшення дифузійних процесів, викликане розчиненням атомів Cu в кристалічній ґратці FePd, супроводжується більш інтенсивним ростом зерен. Розраховані значення розмірів ОКР значено перевищують товщину плівки, це вказує на формування в плівкових композиціях острівкової структури.

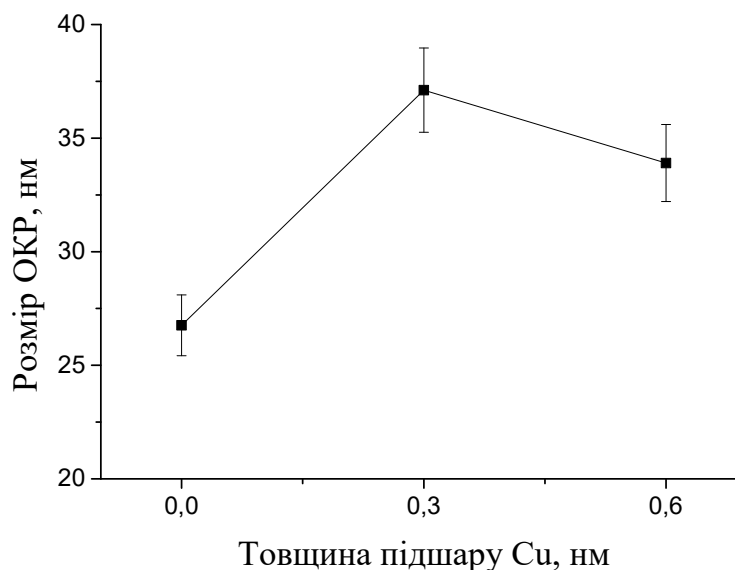


Рисунок 3.6 – Залежність розміру ОКР фази FePd від товщини підшару Cu після відпалу в атмосфері водню за температури 650 °C

На рисунку 3.7 представлені криві намагнічення нанорозмірних плівкових композицій $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}(5-x \text{ нм})/\text{Cu}(x \text{ нм})$ ($x = 0 \text{ нм}; 0,3 \text{ нм}; 0,6 \text{ нм}$) після відпалу в атмосфері водню за температури 650 °C. Для визначення наявності магнітної анізотропії зразків дослідження проводилось в магнітних полях, прикладених паралельно та перпендикулярно до площини плівки. Плівка без підшару Cu має коерцитивну силу 5,5 кЕ в магнітному полі, прикладеному по нормалі до площини плівки. Це вказує на присутність магнітно-твердої фази $L1_0$, хоча цього не видно з дифракційної картини. Додавання підшару Cu(0,3 нм) призводить до зменшення коерцитивної сили до 2,5 кЕ та збільшення намагніченості насичення. При цьому спостерігається перпендикулярна магнітна анізотропія (рис. 3.8). Збільшення товщини підшару Cu до 0,6 нм призводить до зменшення магнітної анізотропії та намагніченості насичення плівкової композиції, при цьому коерцитивна сила в перпендикулярно прикладеному полі залишається практично незмінною.

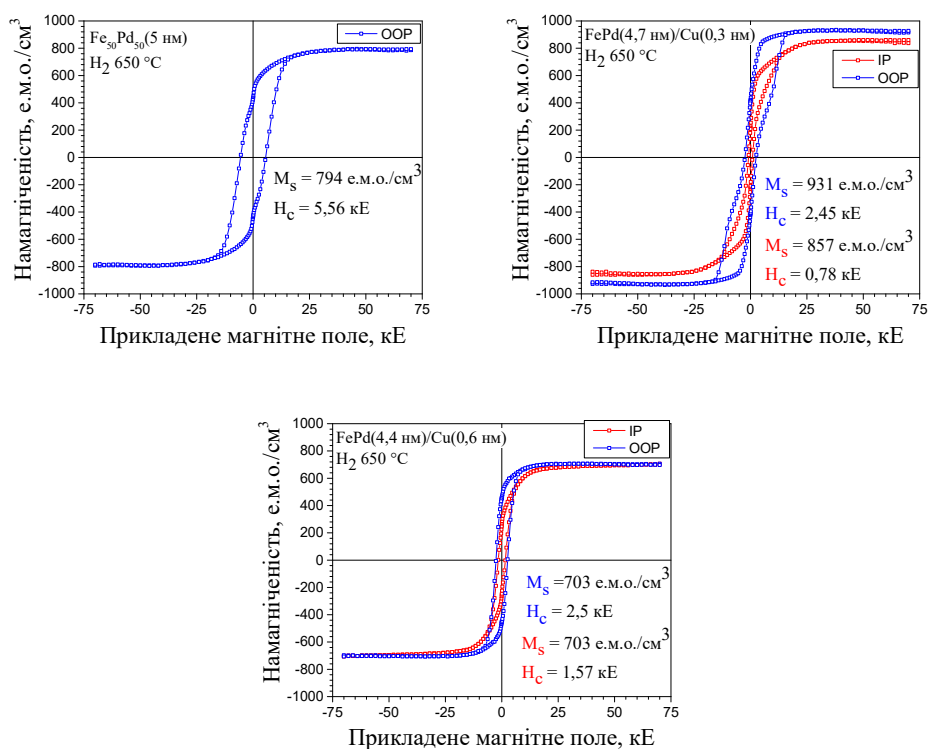


Рисунок 3.7 – Криві намагнічення нанорозмірних плівок $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}(5-x \text{ нм})/\text{Cu}(x \text{ нм})$ ($x = 0 \text{ нм}; 0,3 \text{ нм}; 0,6 \text{ нм}$) після відпалу у водні

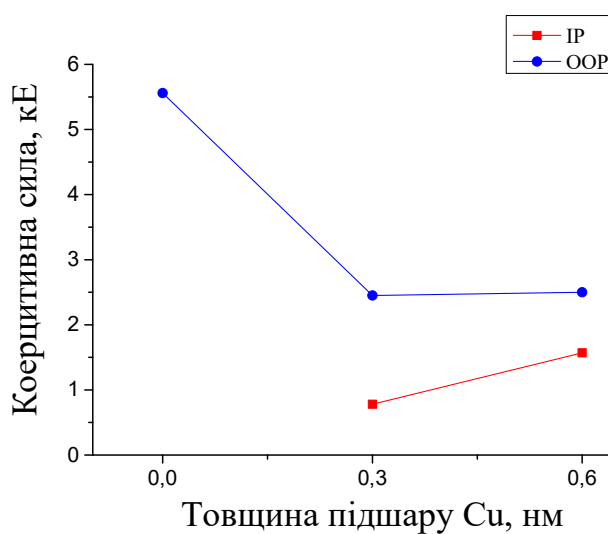


Рисунок 3.8 – Залежність коерцитивної сили плівкових композицій $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}(5-x \text{ нм})/\text{Cu}(x \text{ нм})$ ($x = 0 \text{ нм}; 0,3 \text{ нм}; 0,6 \text{ нм}$) від товщини підшару Cu після відпалу в атмосфері водню за температури $650 \text{ }^{\circ}\text{C}$

3.2 Дослідження впливу відпалу в атмосфері водню на структуру та магнітні властивості плівкових композицій Pd(6 нм)/Cu/Fe(4,6 нм)

3.2.1 Структура та магнітні властивості плівкових композицій Pd(6 нм)/Fe(4,6 нм)

На рисунку 3.9 зображені рентгенограми від нанорозмірних плівкових композицій Pd(6 нм)/Fe(4,6 нм) після напilenня та різних режимів термічної обробки. Після напilenня спостерігається лише слабкий рефлекс Pd (111).

Під час відпалу в атмосфері водню протягом 1 години за температури 600 °C відбувається перемішування шарів Pd та Fe з утворенням неупорядкованої фази Al FePd, про що свідчить наявність відповідних рефлексів (111) та (200), інтенсивність яких збільшується при підвищенні температури відпалу до 650 °C. Підвищення температури відпалу до 700 °C призводить до зникнення рефлексу FePd (200), що вказує на формування текстури (111) у сплаві FePd. Також на куті дифракції $2\theta = 21,75^\circ$ спостерігається рефлекс, який належить кристалічному SiO₂.

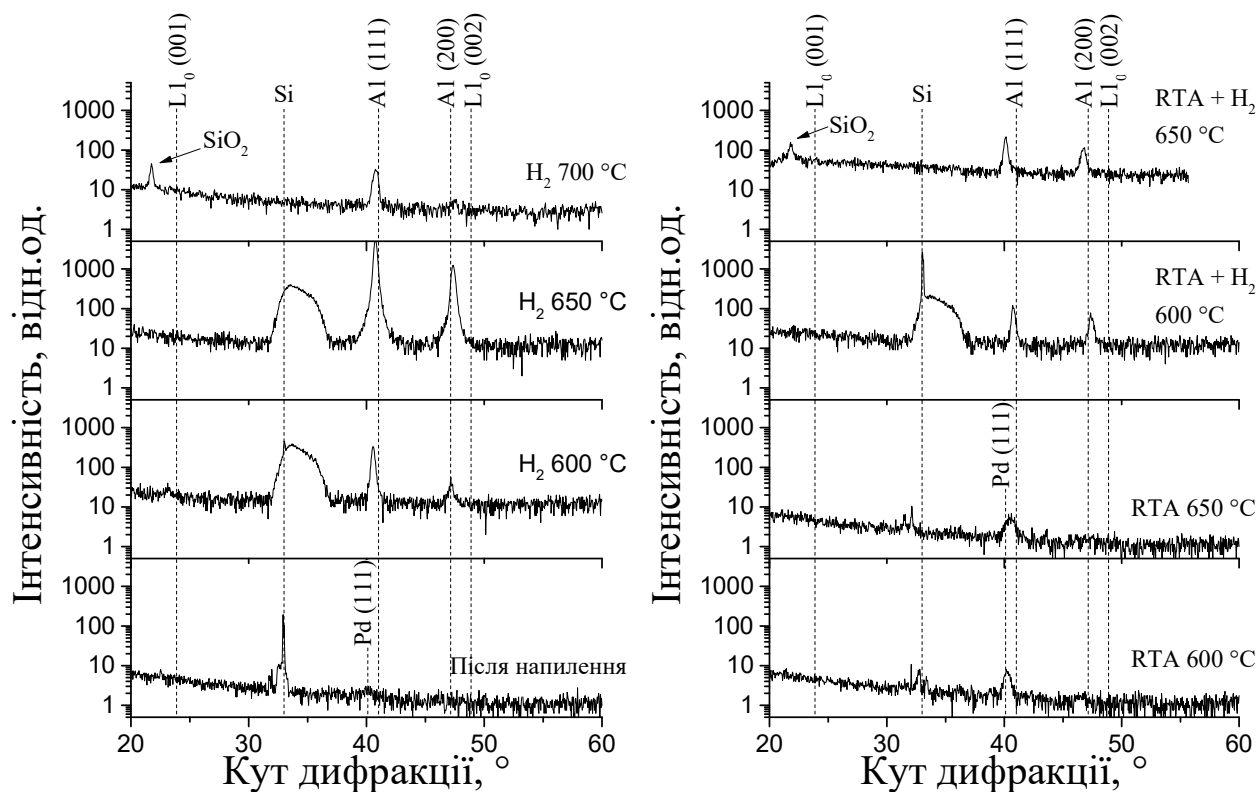


Рисунок 3.9 – Дифракційні картини від нанорозмірної плівкової композиції Pd(6 нм)/Fe(4,6 нм) після напilenня та термічної обробки, випромінювання Cu k_α

Під час швидкого термічного відпалу в атмосфері азоту у плівках формується невпорядкована кубічна фаза A1 FePd. Наступний відпал в атмосфері водню призводить до збільшення кількості фази A1 FePd, після відпалу за температури 650 °C спостерігається рефлекс від кристалічного SiO₂.

На рисунку 3.10 представлена залежність параметру ґратки a фази FePd від режиму термічної обробки. Відпал в атмосфері водню призводить до збільшення періоду ґратки a , це вказує на те, що в сплавi FePd розчинилась значна кількість водню. Зменшення періоду ґратки a зі збільшенням температури швидкого термічного відпалу спричинено більш рівномірним перемішуванням шарів Fe та Pd.

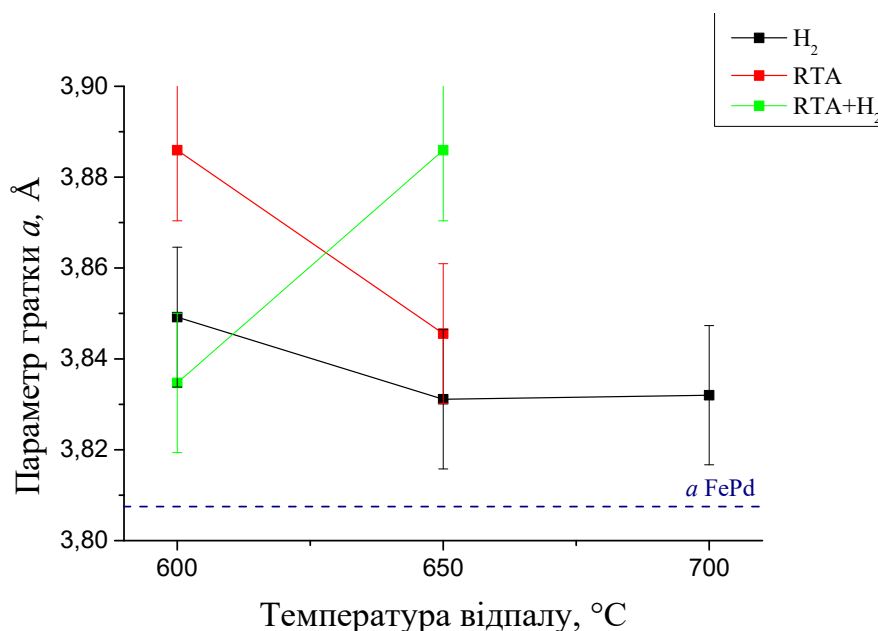


Рисунок 3.10 – Залежність параметру ґратки a фази A1 FePd від режиму термічної обробки

На рисунку 3.11 представлено розрахунки розмірів областей когерентного розсіювання фази FePd для рефлексу (111), у плівках після напилення оцінка проводилась для рефлексу Pd(111). Швидкий термічний відпал призводить до формування фази A1 FePd з розміром ОКР порядку 15 нм. Після відпалів в атмосфері водню ОКР фази A1 FePd мають розмір 27 нм. Зменшення розміру ОКР

після відпалу у водні за температури 700 °С може бути пов'язане з пересиченням кристалічної ґратки атомами водню, що спричиняє її подрібнення.

Як відомо, паладій має надзвичайно високу спорідненість до водню та може вміщати до 1300 об'ємів водню на один об'єм паладію [40]. Під час відпалу в атмосфері водню кристалічна ґратка Pd накопичує значну кількість атомів водню. Під час дифузійного перемішування шарів FePd утворюється пересичена атомами водню невпорядкована фаза A1 FePd. Це перешкоджає протіканню процесів впорядкування та може призводити до подрібнення кристалічної ґратки.

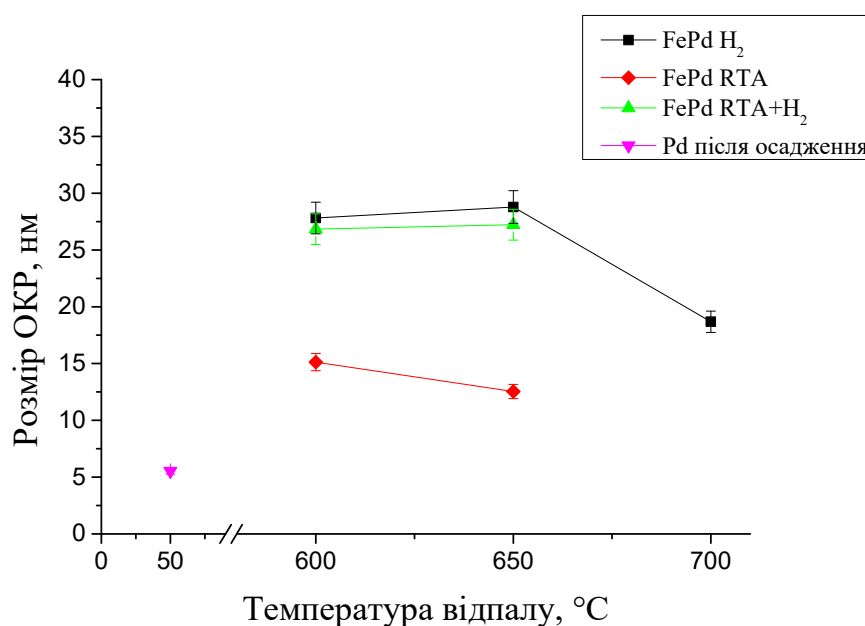


Рисунок 3.11 – Залежність розмірів ОКР фази A1 FePd від режиму термічної обробки

На рисунку 3.12 представлена морфологія поверхні плівок Pd(6 нм)/Fe(4,6 нм) після напилення та термічної обробки.

Після напилення поверхня плівки є гладкою з невеликими включеннями, шорсткість поверхні складає 0,24 нм. Відпал в атмосфері водню призводить до формування стовпчастої острівкової структури. Також спостерігається формування рископодібних утворень, які є ознакою руйнування пересиченої атомами водню плівки, при цьому шорсткість поверхні значно збільшується.

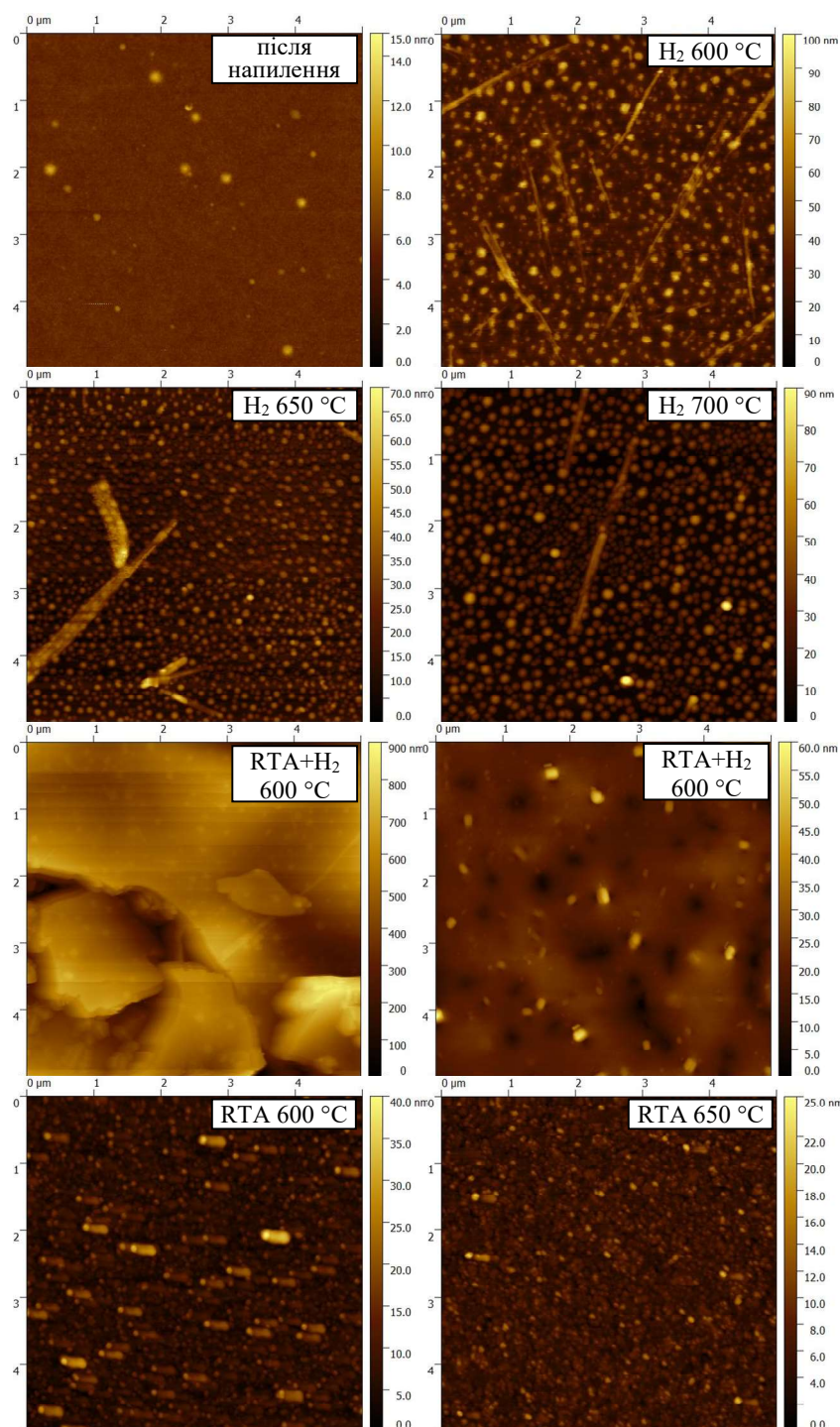


Рисунок 3.12 – Морфологія поверхні плівок Pd(6 нм)/Fe(4,6 нм) після напilenня та різних режимів термічної обробки

Швидкий термічний відпал супроводжується невеликим зростанням шорсткості поверхні до 4 нм (рис. 3.13). Наступний після RTA відпал в атмосфері водню призводить до збільшення шорсткості до 10 нм та формування стовпчастої острівкової структури.

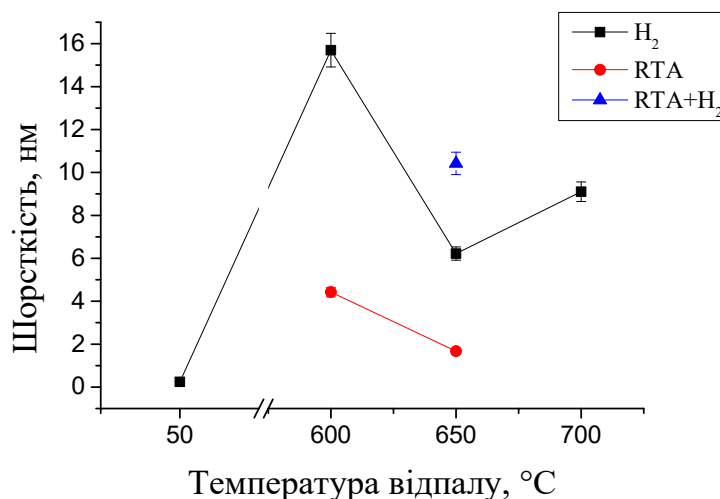


Рисунок 3.13 – Залежність шорсткості поверхні нанорозмірних плівкових композицій Pd(6 нм)/Fe(4,6 нм) від режиму термічної обробки

Як видно з петель гістерезису, що представлені на рис 3.14, після відпалу в атмосфері водню нанорозмірні плівкові композиції проявляють магнітно м'які властивості, попередній швидкий термічний відпал не призводить до зміни магнітних властивостей плівкових композицій. Це вказує на те, що плівки після термічної обробки складаються з магнітно м'якої фази фази A1 FePd.

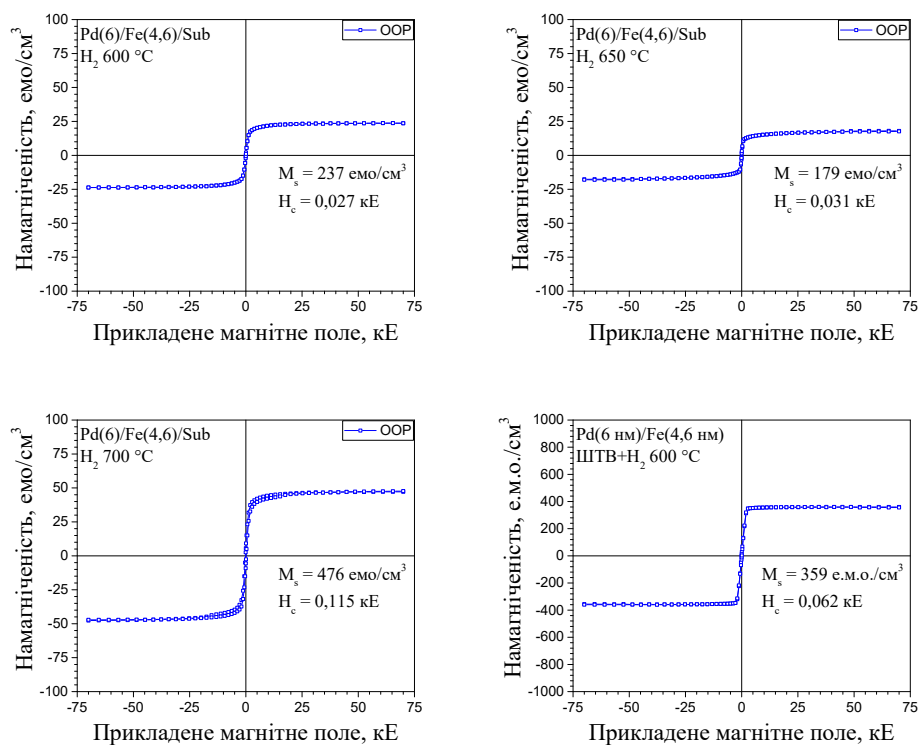


Рисунок 3.14 – Криві намагнічення нанорозмірних плівкових композицій Pd(6 нм)/Fe(4,6 нм) після відповідної термічної обробки

3.2.2 Структура та магнітні властивості плівкової композиції Pd(6 нм)/Cu(0,2 нм)/Fe(4,6 нм)

На рисунку 3.15 представлені дифрактограми від нанорозмірних плівкових композицій Pd(6 нм)/Cu(0,2 нм)/Fe(4,6 нм) після осадження та відпалу в атмосфері водню та швидкого термічного відпалу.

Після осадження спостерігається слабкий рефлекс Pd(111). Під час відпалів в атмосфері водню в інтервалі температур 600 °C – 700 °C відбувається перемішування шарів Fe та Pd в плівці з формуванням неупорядкованої фази AlFePd. Після відпалу за температури 650 °C спостерігається рефлекс від кристалічного SiO₂.

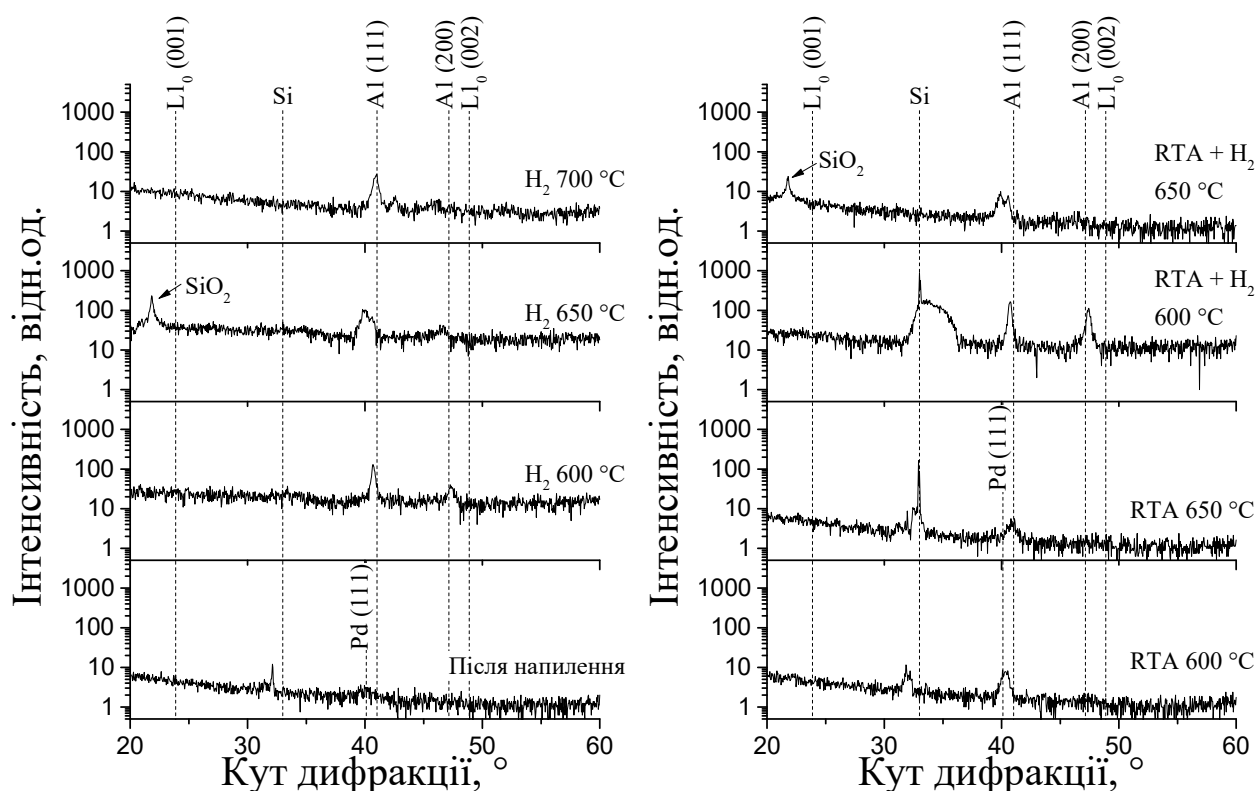


Рисунок 3.15 – Дифракційні картини від нанорозмірних плівкових композицій Pd(6 нм)/Cu(0,2 нм)/Fe(4,6 нм) після наплення та термічної обробки, випромінювання Cu k_{α}

Швидкий термічний відпал призводить до формування неупорядкованої фази A1 FePd. Розчеплення рефлексу (111) після наступного відпалу в атмосфері водню може вказувати на те, що в плівці сформувались два тверді розчини Pd-H та FePd-H.

Параметр ґратки a фази A1 FePd після відпалів в атмосфері водню більший ніж в масивному стані (рис. 3.16). Це вказує на те, що під час відпалу кристалічна ґратка насичується атомами водню. Зменшення a до табличного значення після ШТВ за температури 650 °C вказує на більш рівномірне перемішування шарів Fe та Pd.

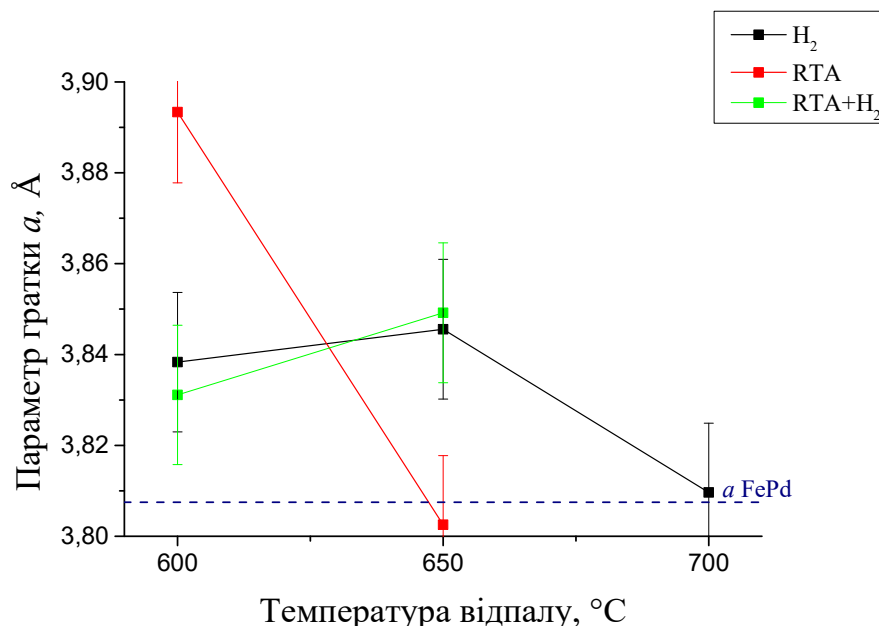


Рисунок 3.16 – Залежність параметру ґратки a фази FePd від режиму термічної обробки

Швидкий термічний відпал призводить до формування кристалітів FePd з розміром ОКР 12 нм (рис. 3.17). Після відпалу в атмосфері водню за температури 600 °C розмір ОКР складає 27 нм. При збільшенні температури відпалу розмір ОКР зменшується. Надмірна концентрація атомів водню в кристалічній ґратці FePd спричиняє її подрібнення.

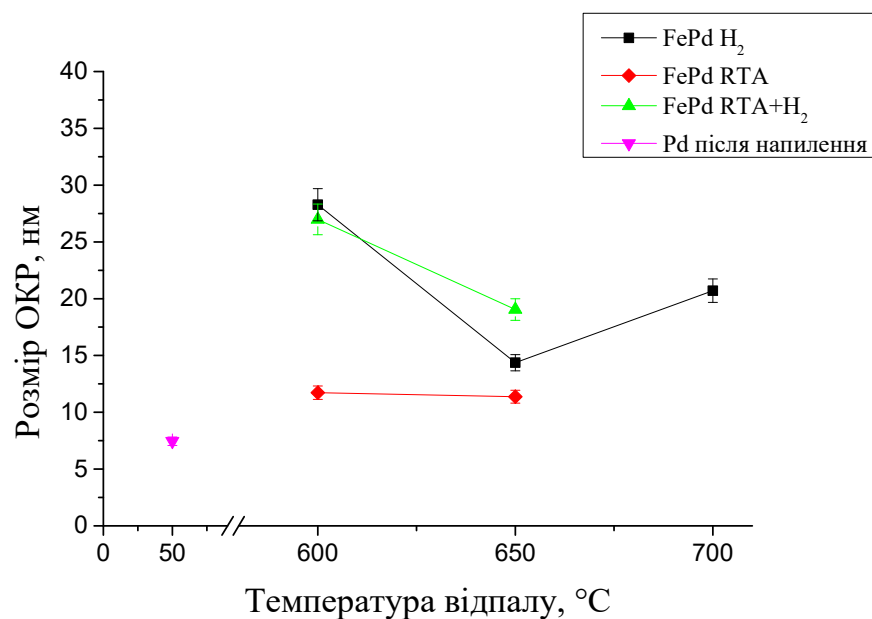


Рисунок 3.17 – Залежність розміру ОКР фази A1 FePd від режиму термічної обробки

Як видно з рисунку 3.18, нанорозмірна плівкова композиція Pd(6 нм)/Cu(0,2 нм)/Fe(4,6 нм) після ШТВ та наступного відпалу в атмосфері водню за температури 650 °C проявляє магнітно м'які властивості.

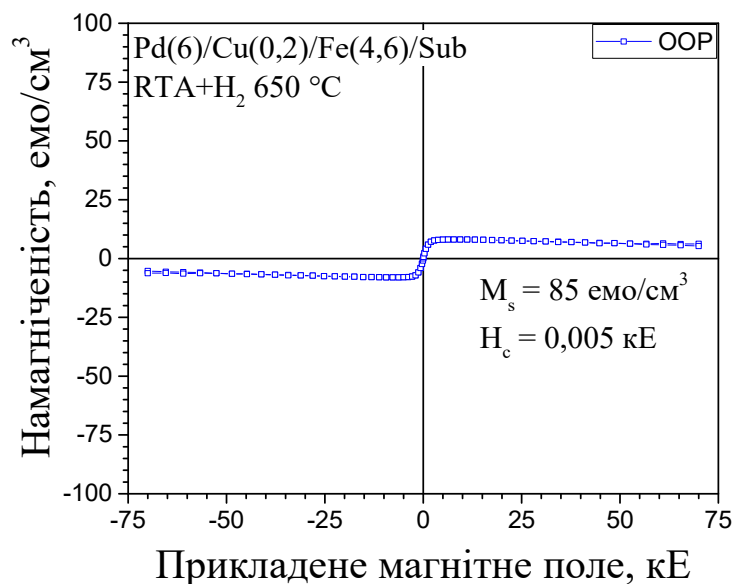


Рисунок 3.18 – Крива намагнічування нанорозмірної плівкової композиції Pd(6 нм)/Cu(0,2 нм)/Fe(4,6 нм) після термічної обробки

3.2.3 Структура та магнітні властивості плівкової композиції Pd(6 нм)/Cu(0,4 нм)/Fe(4,6 нм)

На рисунку 3.19 представлені дифрактограми від нанорозмірної плівкової композиції Pd(6 нм)/Cu(0,4 нм)/Fe(4,6 нм) після напилення, відпалу у водні та швидкого термічного відпалу.

Під час відпалів в атмосфері водню в плівках формується неупорядкована фаза Al FePd, також на дифрактограмах зразків відпалених при температурах 600 °C та 700 °C на кутах $2\Theta = 21,5^\circ$ та $2\Theta = 45^\circ$ спостерігаються рефлекси від кристалічного SiO₂. Висока інтенсивність цих рефлексів може бути пов'язана з тим, що в цих зразків товщина аморфного шару SiO₂ складає 200 нм. Швидкий термічний відпал призводить перемішування шарів Fe та Pd з формуванням неупорядкованої фази Al FePd.

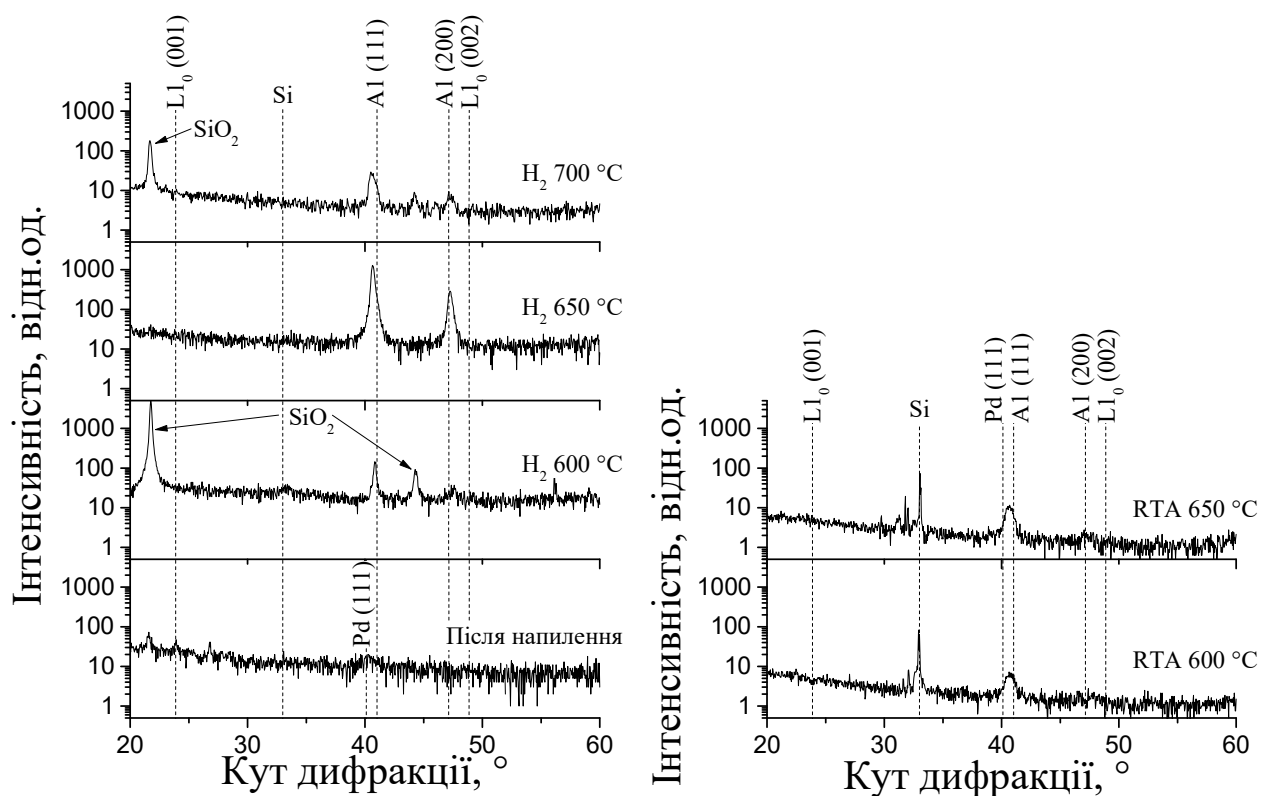


Рисунок 3.19 – Дифракційні картини від нанорозмірних плівкових композицій Pd(6 нм)/Cu(0,4 нм)/Fe(4,6 нм) після напилення та термічної обробки, випромінювання Cu k_α

На рисунку 3.20 зображена залежність параметру ґратки a фази FePd від температури відпалу у водні та ШТВ. Збільшення температури відпалу в атмосфері водню з 600 °C до 700 °C супроводжується збільшенням параметру ґратки a , що вказує на насичення плівки атомами водню.

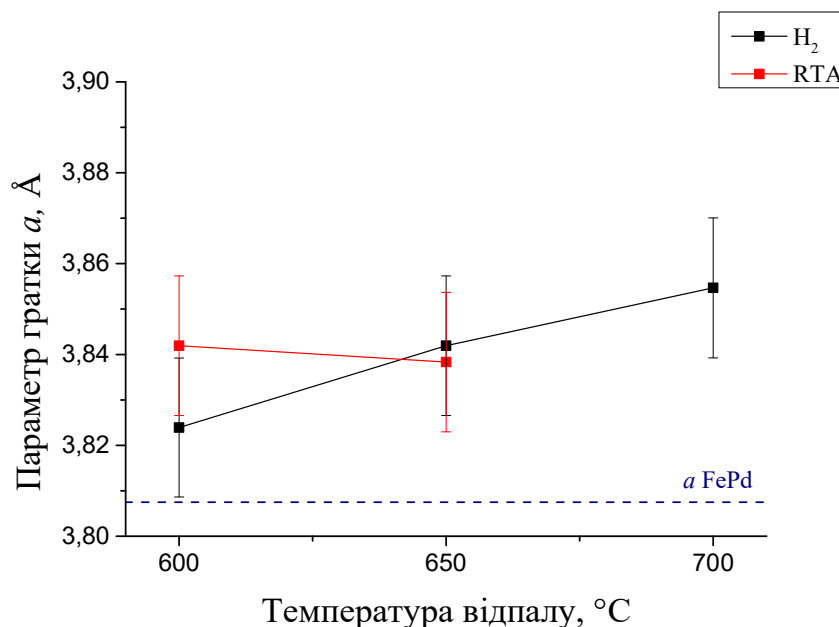


Рисунок 3.20 – Залежність параметру ґратки a фаз FePd від температури відпалу в атмосфері водню та ШТВ

Зменшення розміру ОКР фази FePd з 38 нм до 16 нм при збільшенні температури відпалу з 600 °C до 700 °C вказує на те, що збільшення кількості атомів водню в кристалічній ґратці FePd призводить до її подрібнення. Після швидкого термічного відпалу ОКР мають розміри порядку 13 нм незалежно від температури (рис. 3.21).

Як видно з петель магнітного гістерезису, що представлені на рис. 3.22, плівки після відпалу в атмосфері водню проявляють магнітно м'які властивості, Що вказує на формування в плівках магнітно м'якої неупорядкованої фази A1 FePd.

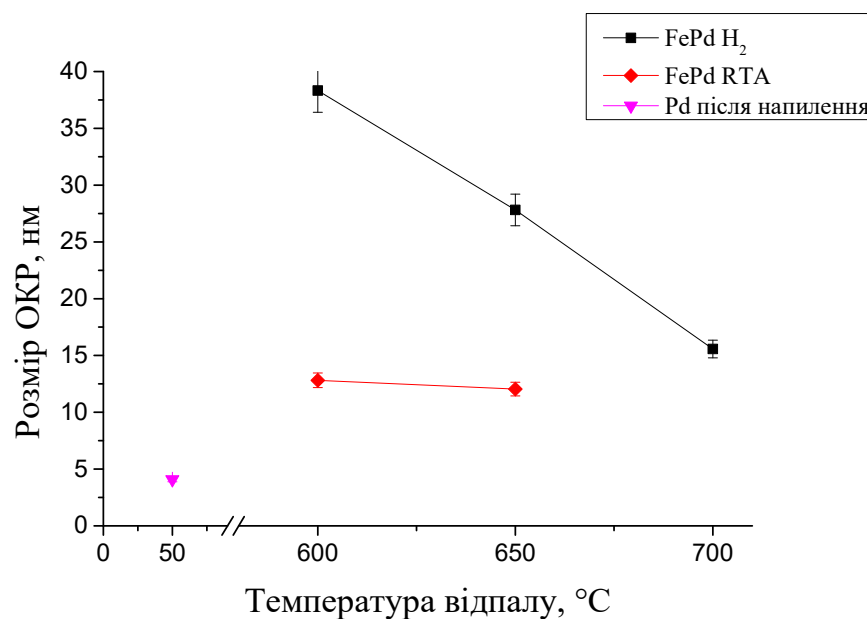


Рисунок 3.21 – Залежність розміру ОКР фази A1 FePd від режиму термічної обробки

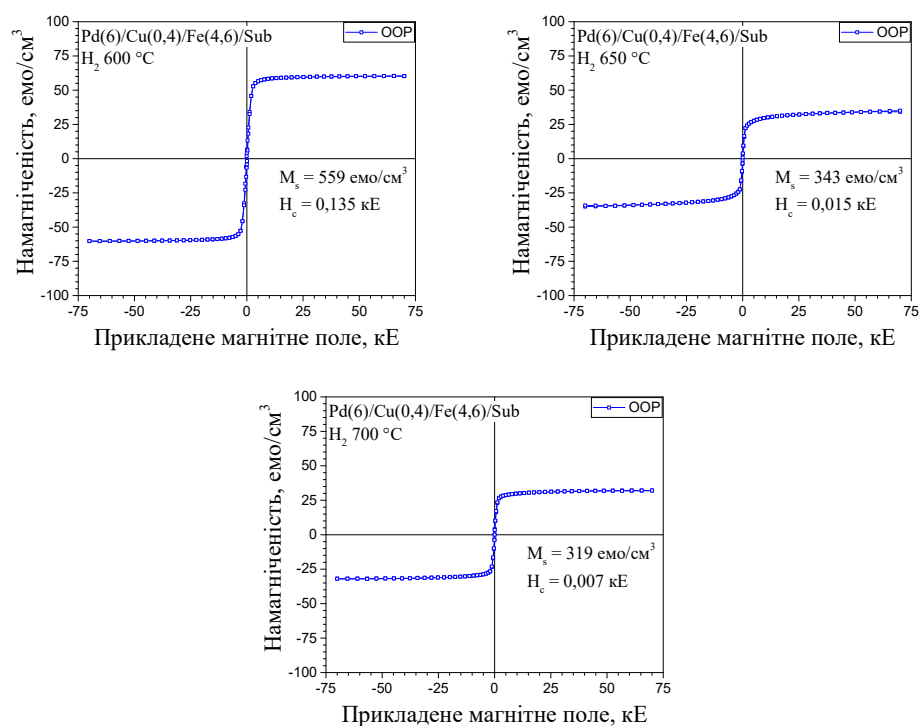


Рисунок 3.22 – Криві намагнічування нанорозмірних плівкових композицій Pd(6 нм)/Cu(0,4 нм)/Fe(4,6 нм) після відповідної термічної обробки

3.2.4 Структура та магнітні властивості плівкової композиції Fe(4,6 нм)/Pd(6 нм)

На дифракційних картинах плівкової системи Fe(4,6 нм)/Pd(6 нм) після напилення спостерігається слабкий рефлекс Pd(111) (рис. 3.23). Під час відпалу в атмосфері водню за температури 600 °C відбувається перемішування шарів Fe та Pd з утворенням неупорядкованої фази A1 FePd, на що вказує наявність слабких рефлексів FePd(111) та FePd(200). Підвищення температури відпалу до 650 °C призводить до росту інтенсивності рефлексів (111) та (200), що вказує на збільшення кількості фази FePd. Також з'являється рефлекс від кристалічного SiO₂. Після відпалу за температури 700 °C інтенсивність рефлексу FePd(111) дещо збільшується, при цьому рефлекс FePd(200) практично зникає, це вказує на формування текстури (111) у фазі FePd.

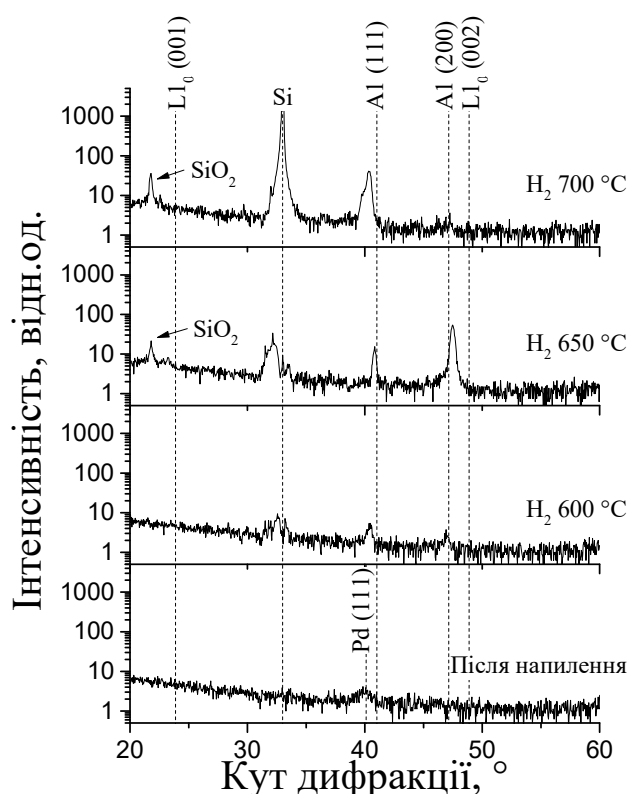


Рисунок 3.23 – Дифракційні картини від нанорозмірної плівкової композиції Fe(4,6 нм)/Pd(6 нм) після відпалу в атмосфері водню, випромінювання Cu k_{α}

Після відпалів в атмосфері водню параметр ґратки a фази FePd більший ніж в масивному стані (рис. 3.24), що вказує на розчинення атомів водню в кристалічній ґратці. Незначне зменшення параметру a при підвищенні температури відпалу з 600 °C до 650 °C може бути викликано більш рівномірним перемішуванням шарів Fe та Pd. При подальшому збільшенні температури відпалу параметр ґратки a збільшується внаслідок збільшення кількості розчинених в кристалічній ґратці FePd атомів водню.

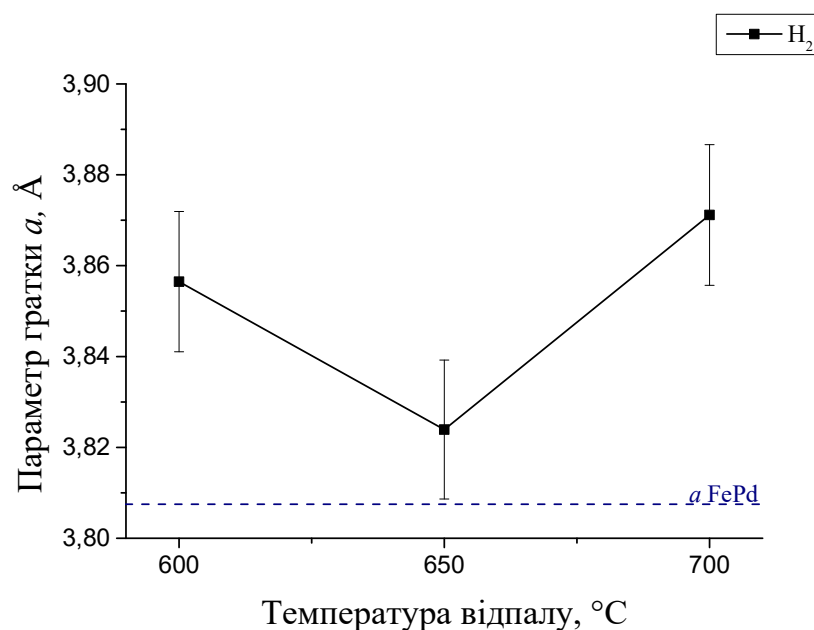


Рисунок 3.24 – Залежність параметру ґратки a від температури відпалу в атмосфері водню

Після відпалу в атмосфері водню за температури 600 °C розмір ОКР фази FePd складає 17 нм (рис. 3.25). Збільшення температури відпалу до 650 °C супроводжується ростом ОКР до 30 нм. Подальше збільшення температури відпалу призводить до зменшення розміру ОКР, що пов'язано з подрібненням пересиченої атомами водню кристалічної ґратки FePd.

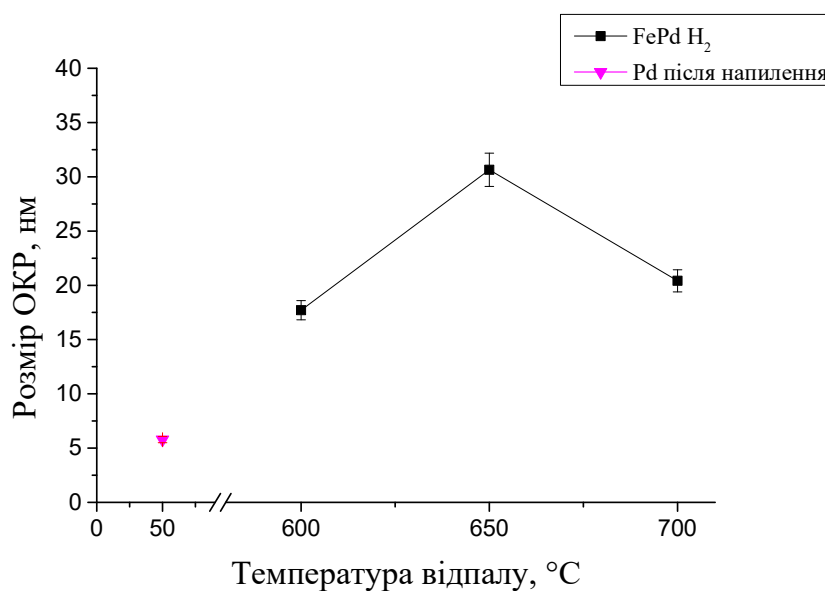


Рисунок 3.25 – Залежність розміру ОКР фази FePd від температури відпалу в атмосфері водню

Як видно з рисунку 3.26 плівкова композиція після наплення має гладку поверхню. Після відпалів в атмосфері водню спостерігається чітко виражена стовпчаста острівкова структура, при цьому шорсткість зростає (рис. 3.27).

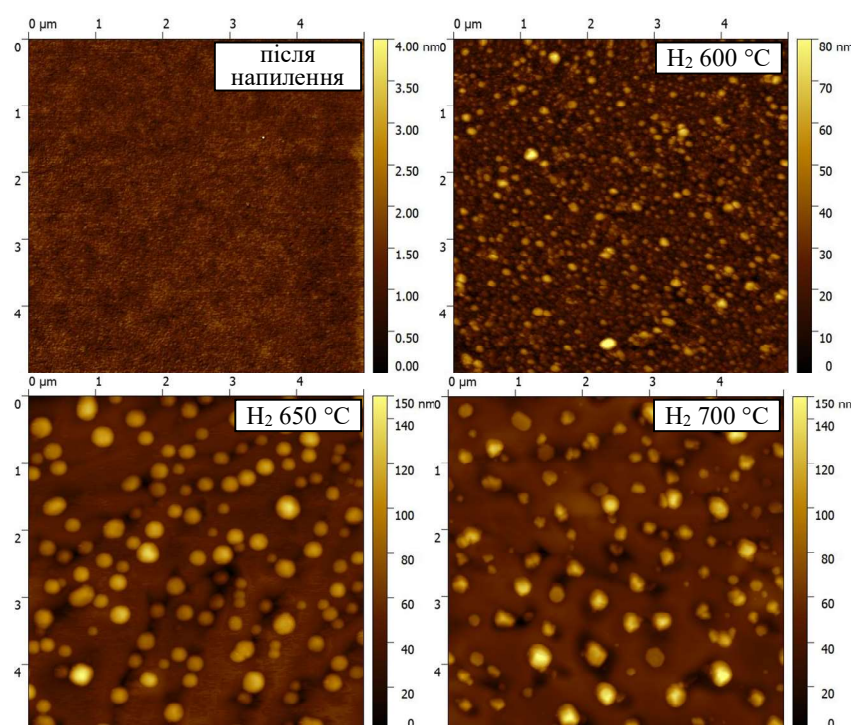


Рисунок 3.26 – Морфологія поверхні плівкових композицій Fe(4,6 нм)/Pd(6 нм) після наплення та відпалів в атмосфері водню

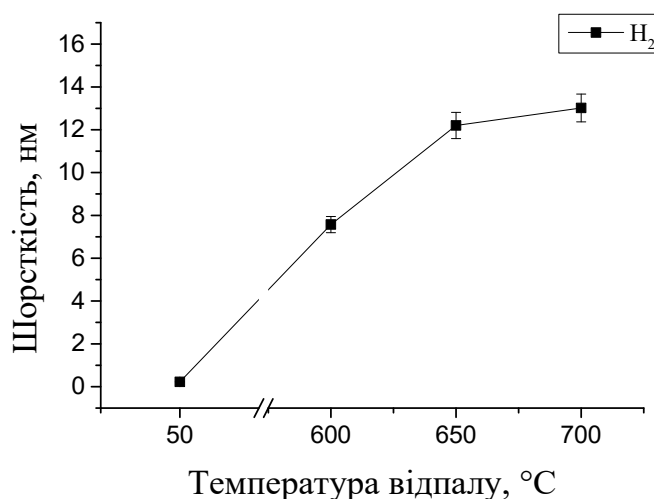


Рисунок 3.27 – Залежність шорсткості поверхні плівкових композицій Fe(4,6 нм)/Pd(6 нм) від температури відпалу в атмосфері водню

Як видно з кривих магнітного гістерезису, що зображені на рисунку 3.28, плівкові композиції Fe(4,6 нм)/Pd(6 нм) незалежно від температури відпалу в атмосфері водню проявляють магнітно м'які властивості. Це вказує на те, що в плівки складаються з магнітно-м'якої фази $A1\text{ FePd}$.

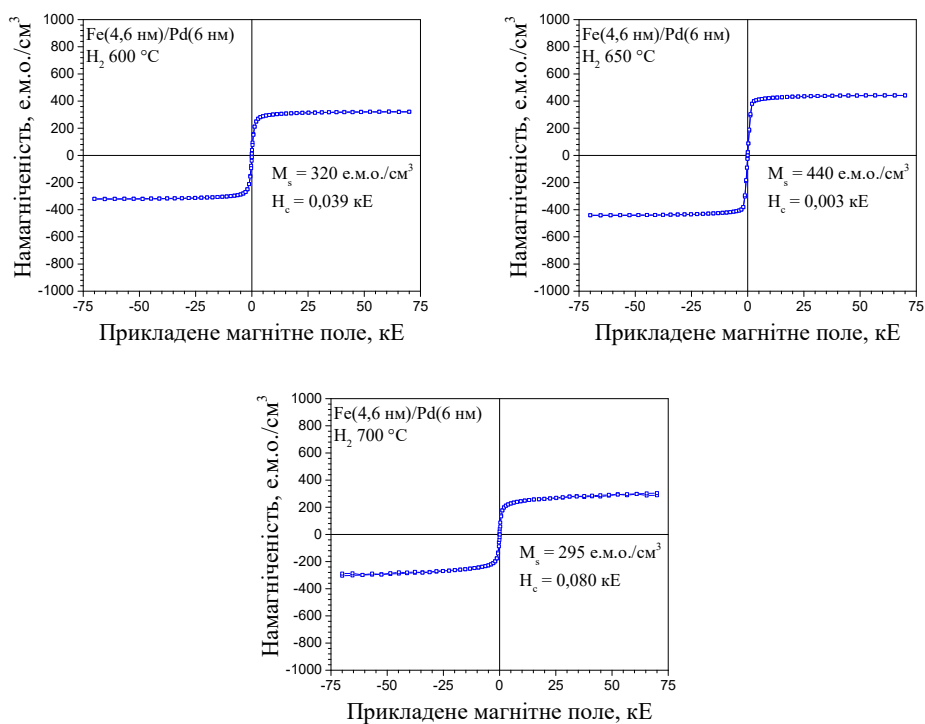


Рисунок 3.28 – Криві намагнічення плівкових композицій Fe(4,6 нм)/Pd(6 нм) після відпалів в атмосфері водню за температур 600 °C – 700 °C

3.3 Дослідження впливу відпалу в атмосфері водню на структуру та магнітні властивості плівкових композицій Pd(7 нм)/Cu/Fe(5 нм)

3.3.1 Структура та магнітні властивості плівкової композиції Pd(7 нм)/Fe(5 нм)

На дифракційній картині після наплення нанорозмірної плівкової композиції спостерігається слабкий розмитий рефлекс Pd(111) (рис. 3.29). Під час відпалів в атмосфері водню, незалежно від температури, відбувається взаємне перемішування шарів Fe та Pd з утворенням неупорядкованої фази A1 FePd. Після відпалу за температури 700 °C спостерігається два рефлекси від кристалічного SiO₂ на кутах $2\Theta = 21,8^\circ$ та $2\Theta = 44,3^\circ$.

Швидкий термічний відпал за температур 600 °C та 650 °C супроводжується зростанням інтенсивності рефлексу на куті $2\Theta = 40,6^\circ$, що може вказувати на формування фази A1 FePd. Під час наступного відпалу в атмосфері водню відбувається формування фази A1 FePd. Після відпалу за температури 650 °C спостерігається рефлекс від кристалічного SiO₂.

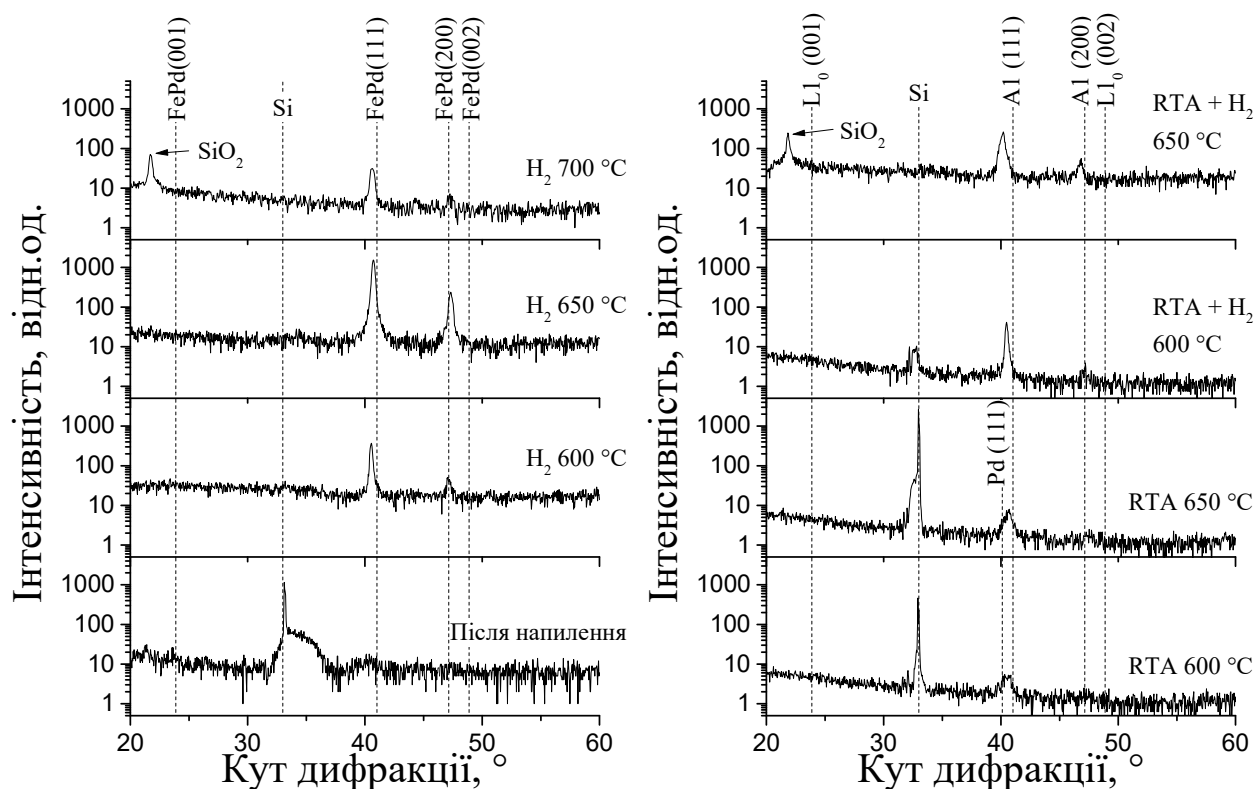


Рисунок 3.29 – Дифракційні картини від нанорозмірної плівкової композиції Pd(7 нм)/Fe(5 нм) після наплення та термічної обробки, випромінювання Cu k_α

Під час відпалу в атмосфері водню плівкова композиція насичується атомами водню, на це вказує збільшений параметр ґратки a фази FePd (рис. 3.30). Збільшення температури швидкого термічного відпалу супроводжується зменшенням a , це вказує на збільшення однорідності сплаву FePd.

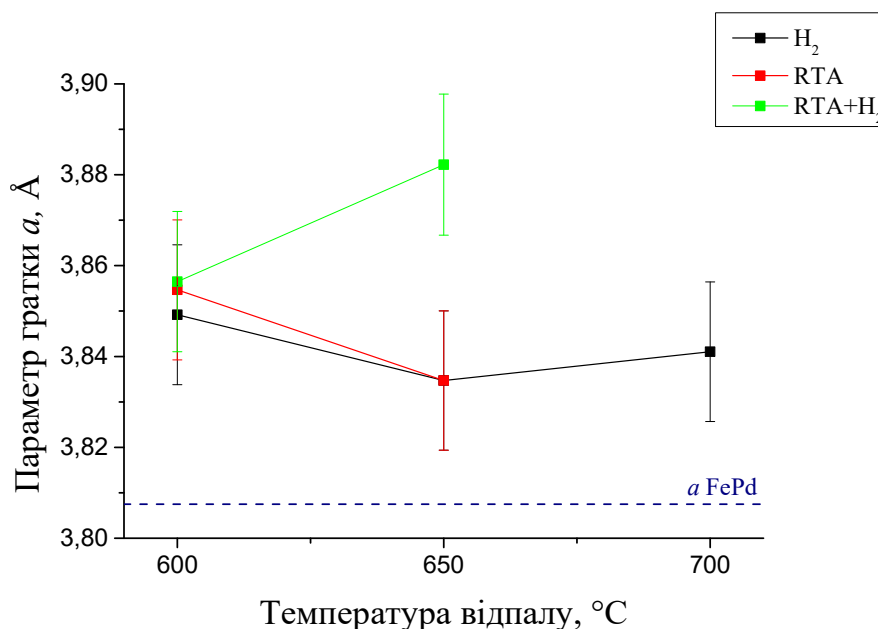


Рисунок 3.30 – Залежність параметру ґратки a фази FePd від режиму термічної обробки

Після швидкого термічного відпалу за температури 600 °C розмір ОКР фази FePd складає 7 нм, та зростає до 10 нм при збільшенні температури до 650 °C (рис. 3.31). Відпал в атмосфері водню за температури 600 °C призводить до формування неупорядкованої фази A1 FePd з розміром ОКР 34 нм. При збільшенні температури відпалу розмір ОКР зменшується. Кристалічна ґратка Pd під час відпалу ввібрала в себе велику кількість атомів водню. Фаза FePd, яка формується під час взаємодифузії шарів Fe та Pd не здатна їх вмістити, тому подрібнюється.

Незалежно від температури відпалу в атмосфері водню плівкові композиції проявляють магнітно-м'які властивості (рис. 3.32). Попередній швидкий термічний відпал не має впливу на магнітні властивості досліджуваних плівкових композицій.

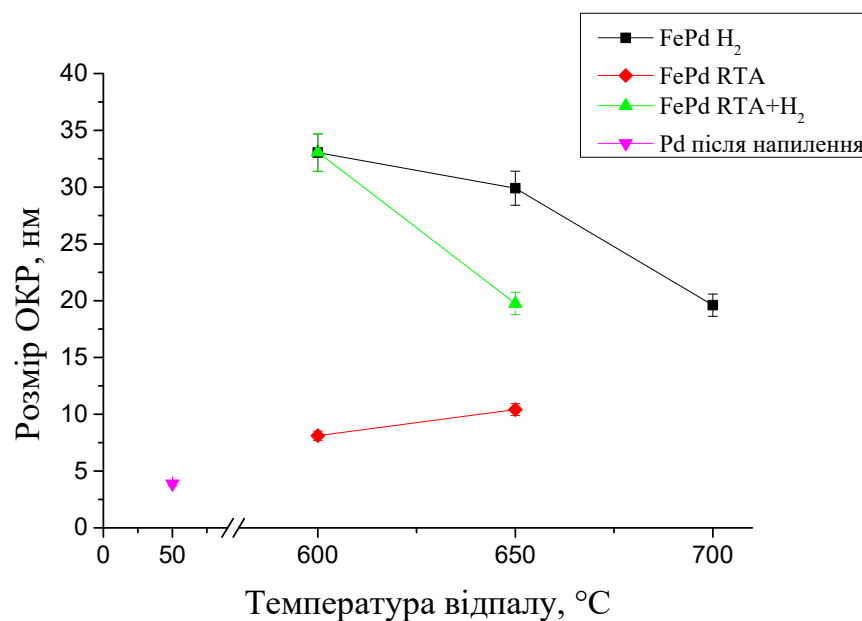


Рисунок 3.31 – Залежність розміру ОКР фази FePd від режиму термічної обробки

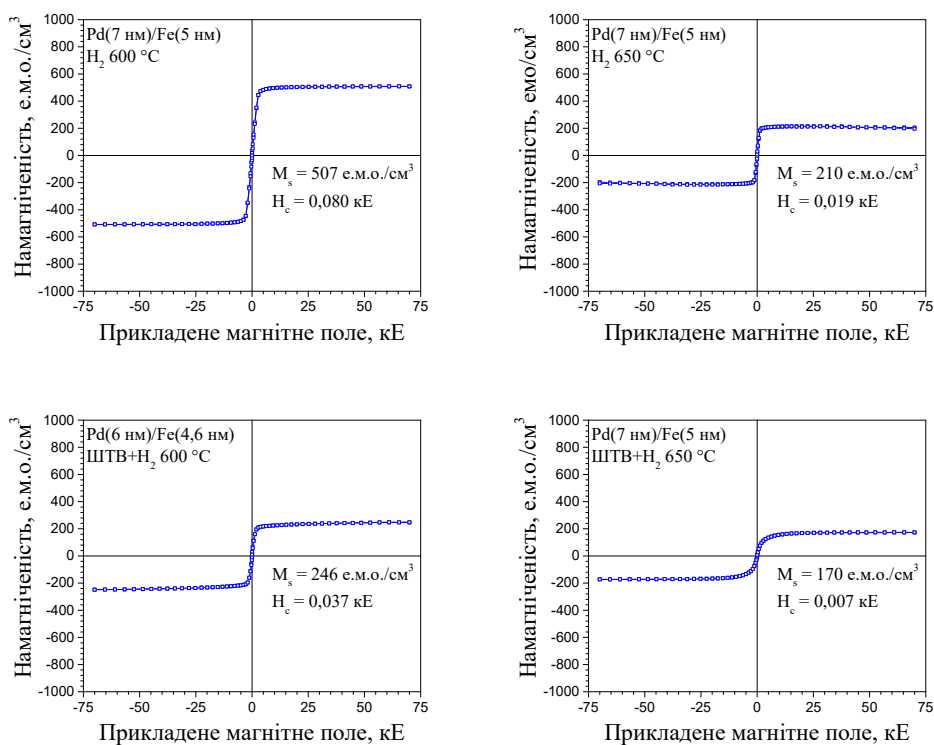


Рисунок 3.32 – Петлі намагнічування нанорозмірних плівкових композицій
Pd(7 нм)/Fe(5 нм) після відпалу в атмосфері водню

3.3.2 Структура та магнітні властивості плівкової композиції Pd(7 нм)/Cu(0,2 нм)/Fe(5 нм)

На рисунку 3.33 представлені дифрактограми від нанорозмірної плівкової композиції Pd(7 нм)/Cu(0,2 нм)/Fe(5 нм) після напилення та термічної обробки. Після напилення спостерігається слабкий рефлекс Pd(111). Під час відпалу в атмосфері водню в інтервалі температур 600 °C – 700 °C відбувається перемішування шарів плівкової композиції з утворенням неупорядкованої фази Al FePd. Зсув рефлексу FePd(111) в бік менших кутів викликаний насиченням кристалічної ґратки атомами водню. Також після відпалів за спостерігаються рефлекси від кристалічного SiO₂.

Після швидкого термічного відпалу спостерігаються рефлекси (111) та (200), що вказує на формування неупорядкованої фази Al FePd. Наступний після ШТВ відпал в атмосфері водню не призводить до зміни фазового складу в плівковій композиції, спостерігається рефлекс від кристалічного SiO₂

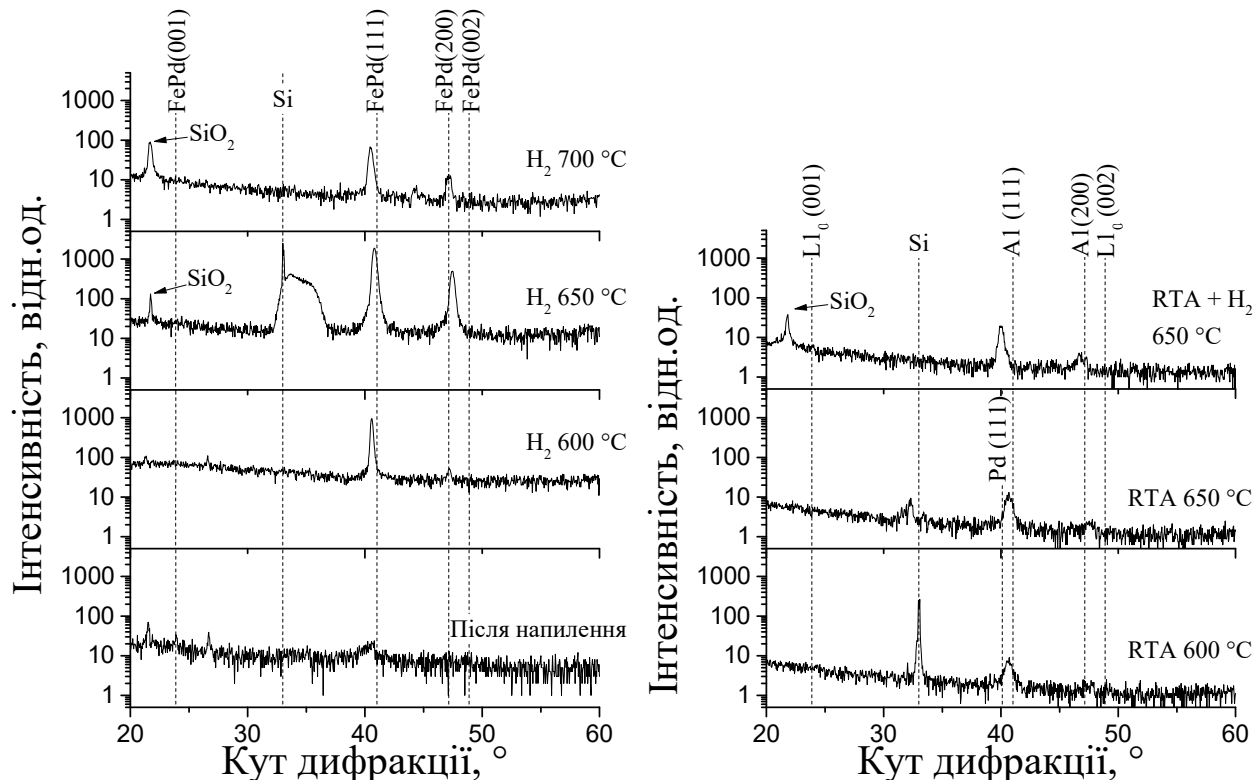


Рисунок 3.33 – Дифракційні картини нанорозмірної плівкової композиції Pd(7 нм)/Cu(0,2 нм)/Fe(5 нм) після напилення та термічної обробки, випромінювання Cu k_{α}

Як видно з рисунку 3.34, під час відпалу в атмосфері водню кристалічна гратка фази FePd насичується атомами водню. Більший за табличне значення параметр гратки a після швидкого термічного відпалу вказує на нерівномірний розподіл елементів у плівці.

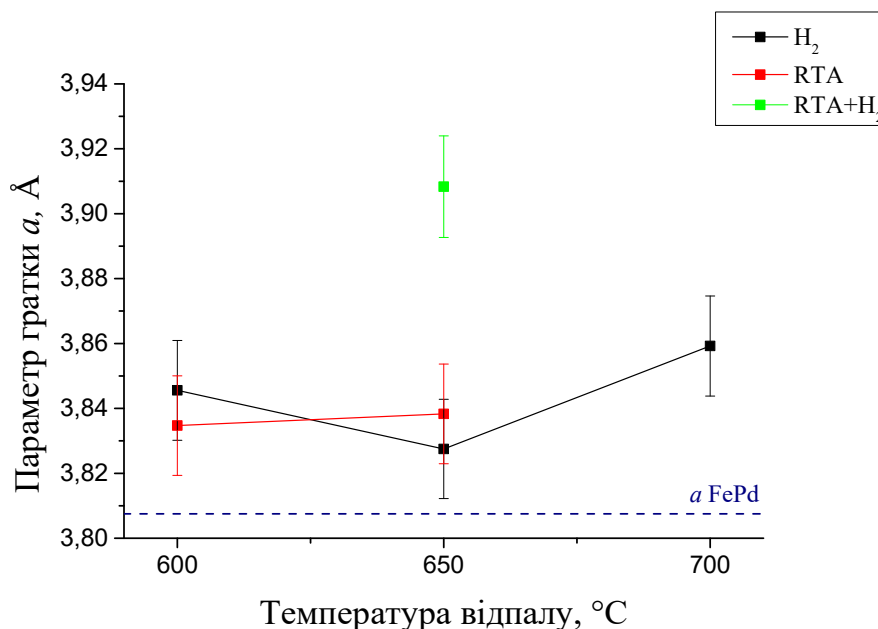


Рисунок 3.34 – Залежність параметру гратки a фази FePd від режиму термічної обробки

На рисунку 3.35 зображені розрахунки розмірів ОКР фази FePd. Відпал в атмосфері водню за температури 600 °C призводить до росту ОКР фази FePd до 35 нм. Подальше збільшення температури відпалу супроводжується зменшенням ОКР внаслідок подрібнення кристалітів через пересичення атомами водню. Під час швидкого термічного відпалу ОКР зростає до 15 нм.

Після відпалу в атмосфері водню за температури 650 °C плівкова композиція Pd(7 нм)/Cu(0,2 нм)/Fe(5 нм) має коерцитивну силу 43 Е (рис. 3.36). Це вказує на те, що в плівці сформувалась магнітно-м'яка фаза A1 FePd.

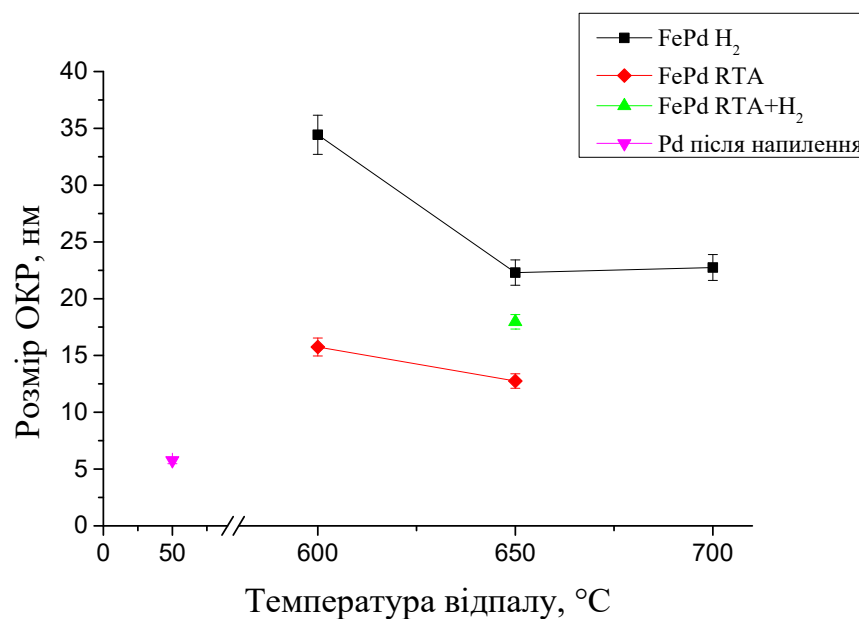


Рисунок 3.35 – Залежність розміру ОКР фази FePd від режиму термічної обробки

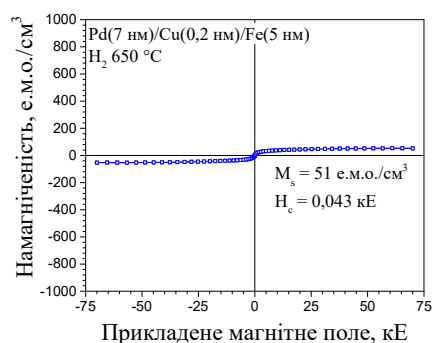


Рисунок 3.36 – Петля намагніченості плівкової композиції Pd(7 нм)/Cu(0,2 нм)/Fe(5 нм) після відпалу в атмосфері водню за температури 650 °C

3.3.3 Структура та магнітні властивості плівкової композиції Pd(7 нм)/Cu(0,4 нм)/Fe(5 нм)

Дифрактограми від нанорозмірної плівкової композиції Pd(7 нм)/Cu(0,4 нм)/Fe(5 нм) представлені на рисунку 3.37. Після наплення спостерігається слабкий рефлекс Pd(111). Відпали в атмосфері водню в інтервалі температур 600 °C – 700 °C призводять до формування фази A1 FePd, на що вказує поява рефлексів FePd(111) та FePd(200). Після відпалу за температури 650 °C спостерігається рефлекс від кристалічного SiO₂ та слабкий надструктурний

рефлекс FePd(001), що вказує на формування неупорядкованої тетрагональної фази L1₂-FePd.

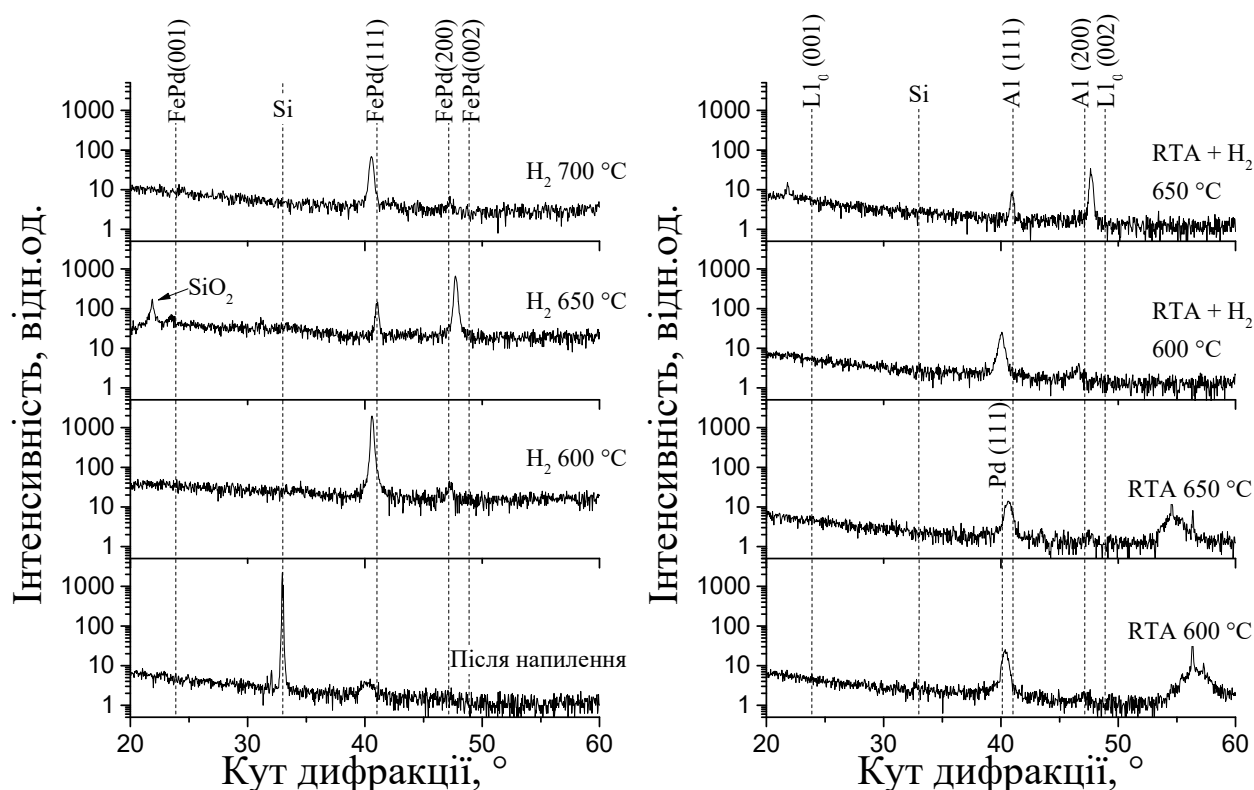


Рисунок 3.37 – Дифракційні картини від нанорозмірної плівкової композиції Pd(7 нм)/Cu(0,4 нм)/Fe(5 нм) після напilenня та термічної обробки, випромінювання Cu k_{α}

Після швидкого термічного відпалу спостерігається збільшення інтенсивності рефлексу на куті $2\Theta = 40,4^\circ$, це вказує на те, що в плівці сформувалась неупорядкована фаза A1 FePd. Наступний відпал в атмосфері водню за температури 650 °C призводить до формування текстури (200) в сплавi FePd.

На рисунку 3.38 зображена залежність параметру ґратки a фази FePd від режиму термічної обробки. Розтягуючі деформації в плівках після відпалу в атмосфері водню за температури 600 °C викликані проникненням атомів водню в кристалічну ґратку сплаву FePd. Зменшення a при збільшенні температури відпалу до 650 °C зменшуються внаслідок розчинення атомів Cu в сплавi FePd. Подальше

збільшення a пов'язано зі збільшенням кількості розчинених в кристалічній ґратці FePd атомів водню.

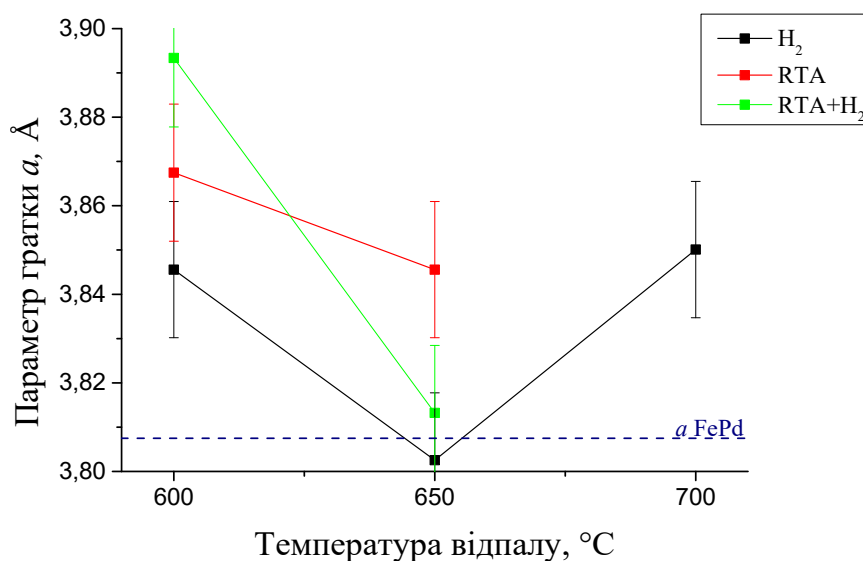


Рисунок 3.38 – Залежність параметру ґратки a від режиму термічної обробки

Відпал в атмосфері водню за температури 600 °C призводить до росту ОКР до 35 нм, при цьому попередній швидкий термічний відпал призводить до зменшення ОКР до 20 нм (рис. 3.39). Подальше збільшення температури відпалу в атмосфері водню до 700 °C супроводжується зменшенням ОКР до 23 нм внаслідок подрібнення зерен через пересичення кристалічної ґратки FePd атомами водню.

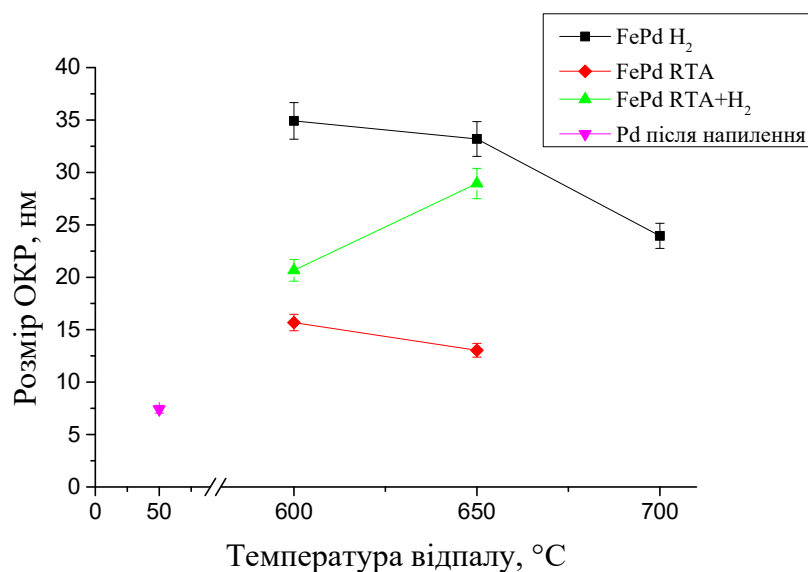


Рисунок 3.39 – Залежність розміру ОКР фази FePd від температури відпалу в атмосфері водню

Після відпалу за температури 650 °C плівкова композиція Pd(7 нм)/Cu(0,4 нм)/Fe(5 нм) має коерцитивну силу 26 Е (рис. 3.40), що вказує на те, що в плівковій композиції сформувалась магнітно-м'яка фаза Al FePd.

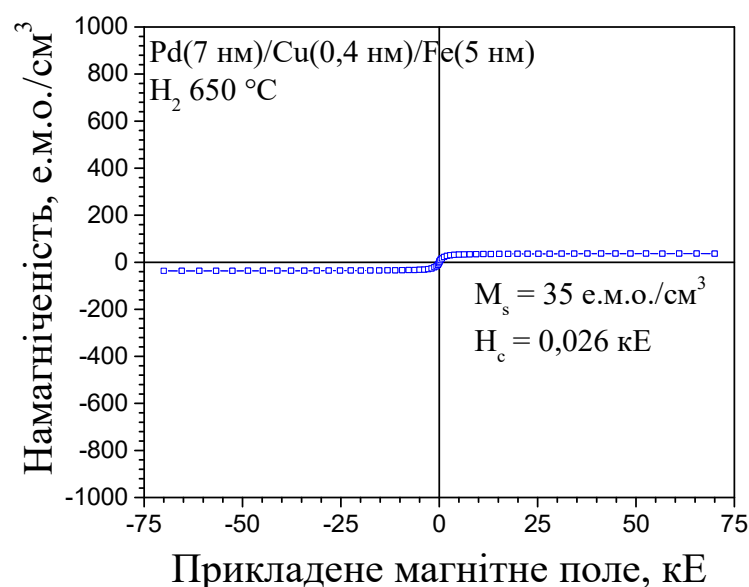


Рисунок 3.40 – Петля намагнічення плівкової композиції Pd(7 нм)/Cu(0,4 нм)/Fe(5 нм) після відпалу в атмосфері водню за температури 650 °C

3.3.4 Структура та магнітні властивості у плівкових композиціях Fe(5 нм)/Pd(7 нм) після термічної обробки

На рисунку 3.41 представлені картини дифракції від нанорозмірних плівкових композицій Fe(5 нм)/Pd(7 нм) після осадження та відпалу в атмосфері водню. Після осадження спостерігається слабкий розмитий рефлекс від Pd.

Відпал в атмосфері водню призводить до взаємного перемішування шарів Fe та Pd з утворенням неупорядкованої фази FePd, на що вказує поява рефлексів FePd (111) та (222), інтенсивність яких зростає зі збільшенням температури відпалу до 650 °C. Після відпалу за температури 700 °C рефлекс FePd (200) практично зникає, що вказує на формування текстури (111) у сплаві FePd. Також спостерігається рефлекс від кристалічного SiO₂.

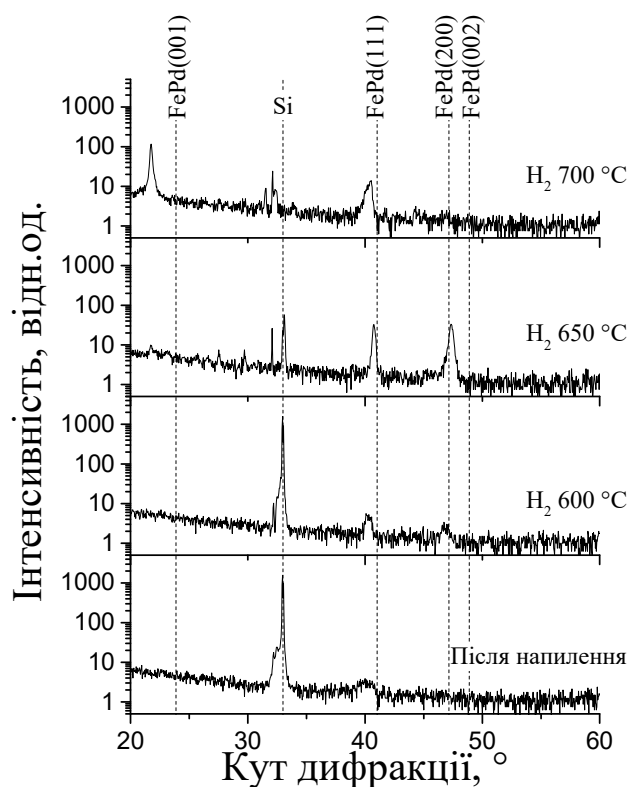


Рисунок 3.41 – Дифракційні картини від нанорозмірних плівкових композицій Fe(5 нм)/Pd(7 нм) після наплення та відпалу в атмосфері водню, випромінення $\text{Cu } k_\alpha$

Як видно з рисунку 3.42, після відпалу в атмосфері водню за температури 600 °C у фазі FePd спостерігаються розтягуючі деформації, викликані розчиненням атомів водню в кристалічній ґратці. Підвищення температури відпалу до 650 °C призводить до зміни знаку деформацій на стискаючі. Незалежно від температури відпалу в плівковій композиції формується кубічна фаза A1 FePd, на що вказує рівність параметру a , розрахована з рефлексів FePd(111) та (200).

Під час відпалу в атмосфері водню за температури 600 °C в плівковій композиції формується неупорядкована фаза A1 FePd з розміром ОКР порядку 13 нм (рис. 3.43). Підвищення температури відпалу до 650 °C призводить до пришвидшення дифузійних процесів, що супроводжується збільшенням ОКР до 35 нм. Подальше збільшення температури відпалу супроводжується зменшенням ОКР внаслідок подрібнення кристалічної ґратки атомами водню, які проникають в її порожнини.

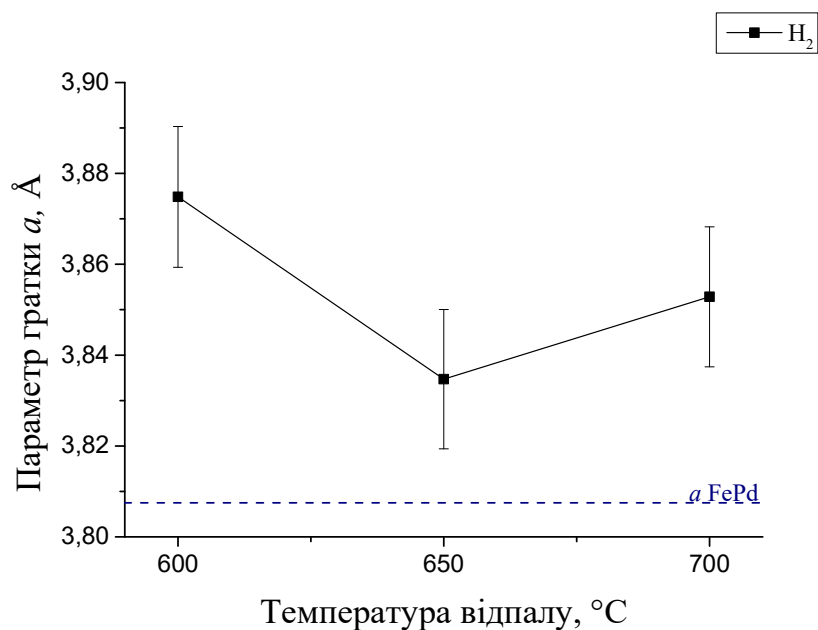


Рисунок 3.42 – Залежність параметру ґратки a фази FePd від температури відпалу в атмосфері водню

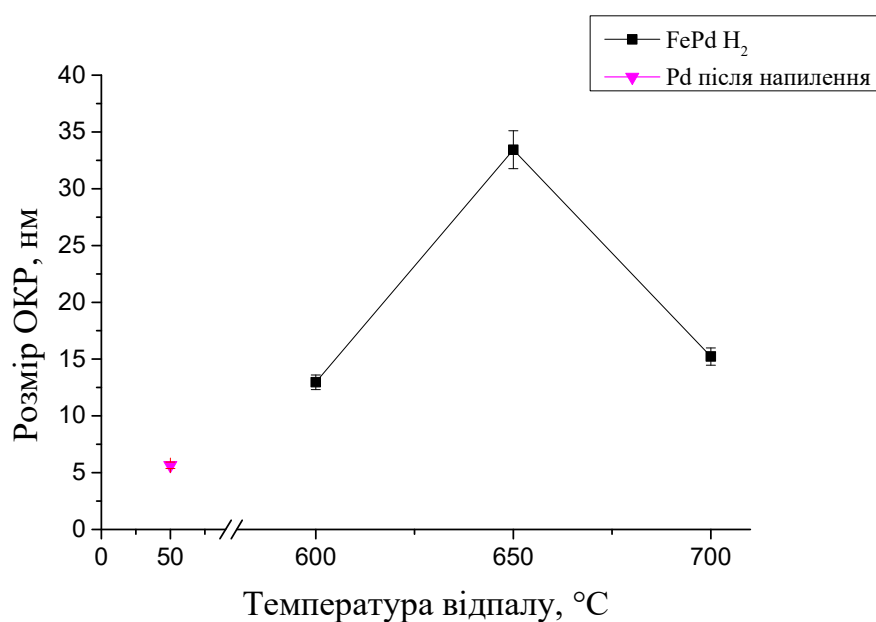


Рисунок 3.43 – Залежність розміру ОКР фази FePd від температури відпалу в атмосфері водню

Після наповнення поверхня плівкової композиції є гладкою (рис. 3.44). Відпал в атмосфері водню призводить до формування острівкової структури, що супроводжується зростанням середньої шорсткості до 12 нм при температурі відпалу 650 °C (рис. 3.45).

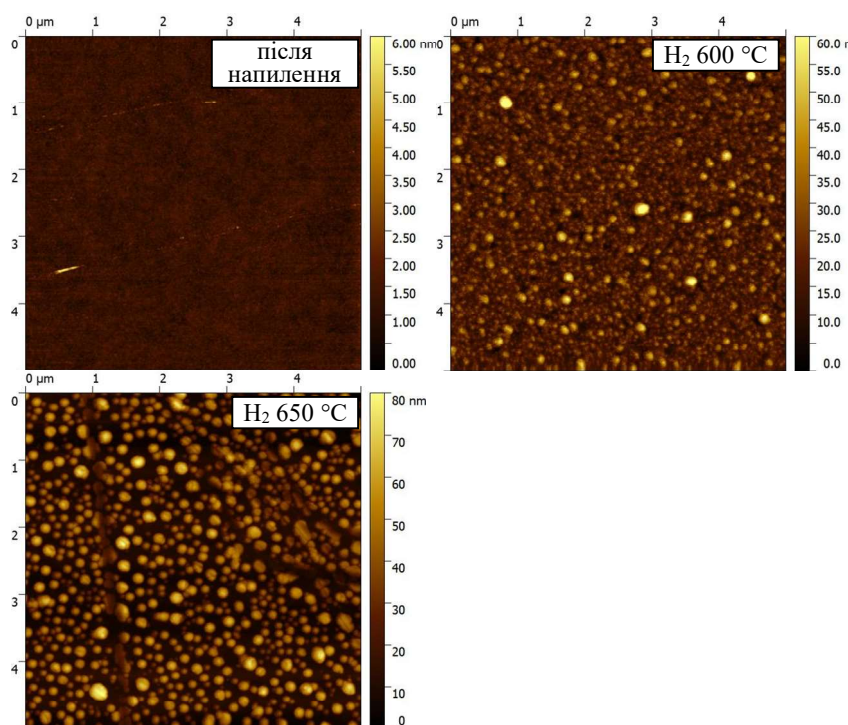


Рисунок 3.44 – Морфологія поверхні плівкової композиції Fe(5 нм)/Pd(7 нм) після напilenня та відпалу в атмосфері водню

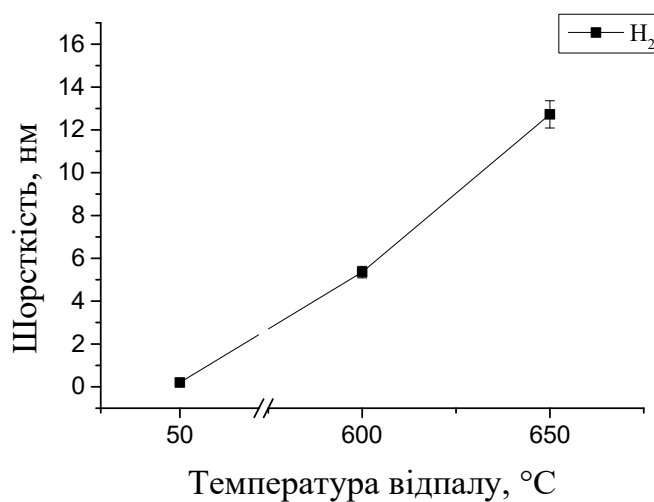


Рисунок 3.45 – Залежність шорсткості поверхні плівкової композиції Fe(5 нм)/Pd(7 нм) від температури відпалу в атмосфері водню

Незалежно від температури відпалу в атмосфері водню плівкові композиції проявляють магнітно-м'які властивості, коерцитивна сила не перевищує 80 Е (рис. 3.46).

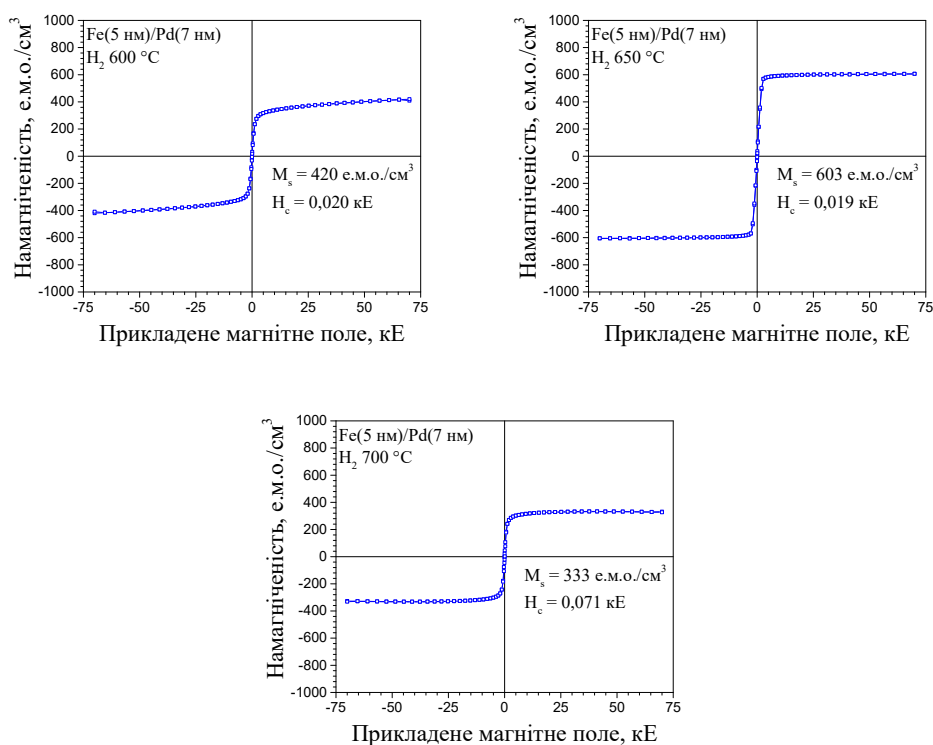


Рисунок 3.46 – Криві намагнічування плівкових композицій Fe(5 нм)/Pd(7 нм) після відпалу в атмосфері водню

3.4 Вплив термічної обробки в атмосфері водню на структуру підкладинок SiO₂/Si(001)

Було проведено дослідження структури підкладинок SiO₂(100 нм)/Si(001) та SiO₂(200 нм)/Si(001) після відпалів в атмосфері водню. На дифрактограмах спостерігається рефлекс від кристалічного SiO₂ на куті дифракції $2\Theta = 26,6^\circ$ (рис. 3.47). Присутність лише одного рефлексу може вказувати на те, що в шарі аморфного SiO₂ формуються кристаліти з певною орієнтацією кристалічної структури.

Після відпалу в атмосфері водню за температури 700 °C на дифракційних картинах спостерігається рефлекс на куті 25° , який не вдалося ідентифікувати.

Рефлекси від кристалітів SiO₂ на кутах $21,7^\circ$ та $44,2^\circ$ не спостерігаються, це може бути пов'язано з відсутністю плівки FePd на поверхні. Дисоціація молекули H₂ відбувається в шарі SiO₂, в той час як при наявності плівки дисоціація

відбувається при взаємодії молекул водню з атомами Pd, після чого атомарний водень дифундує через плівку в шар аморфного SiO_2 .

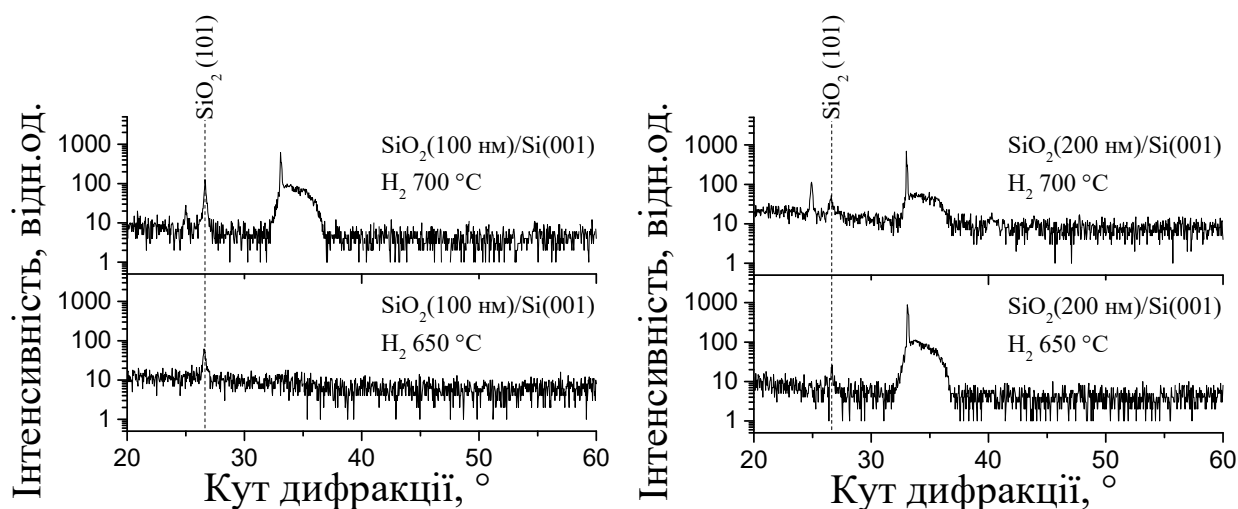


Рисунок 3.47 – Дифракційні картини підкладинок $\text{SiO}_2(100 \text{ нм}; 200 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ після відпалу в атмосфері водню

В роботі [48] проведено дослідження дифузії атомів водню в плівках кварцу та SiO_2/Si . Автори вказують на те, що атоми водню, дифундуючи з поверхні в об'єм кристалу можуть взаємодіяти з SiO_2 та утворювати SiOH . Можна зробити припущення, що дифундуючи через шар аморфного SiO_2 , атоми водню можуть вступати в реакцію з матеріалом. Це призводить до послаблення зв'язків між атомами Si та O, що може бути причиною формування кристалічної фази SiO_2 . Проте для підтвердження цього ефекту необхідно проводити більш детальне дослідження.

3.5 Висновки до розділу 3

1. Встановлено, що в сплаві $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}(5 \text{ нм})$ під час відпалу в атмосфері водню за температури $650 \text{ }^\circ\text{C}$ формується впорядкована фаза $\text{L1}_0\text{-FePd}$ з коерцитивною силою $5,5 \text{ кЕ}$. Додавання підшару Cu до сплаву $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}$ призводить до зменшення коерцитивної сили до $2,5 \text{ кЕ}$, при цьому плівкові композиції проявляють магнітну анізотропію. Пришвидшення дифузійних процесів,

викликане розчиненням атомів Cu в кристалічній ґратці FePd супроводжується більш інтенсивним ростом зерен.

2. Показано, що під час термічної обробки в атмосфері водню шаруватих плівкових композицій Pd/Cu/Fe незалежно від товщини формується неупорядкована фаза Al FePd, коерцитивна сила якої не перевищує 200 Е. Попередній швидкий термічний відпал в атмосфері азоту не призводить до зміни фазового складу плівкових композицій. В плівкових композиціях Fe/Pd після відпалу в атмосфері водню не виявлено формування впорядкованої фази.

3. Встановлено, що під час відпалу в атмосфері водню шаруваті плівкові композиції Pd/Cu/Fe та Fe/Pd пересичуються атомами водню, що перешкоджає протіканню процесів впорядкування у сплаві FePd та призводить до її подрібнення.

4. Показано, що процеси взаємодифузії шарів Pd та Fe призводять до формування стовпчастої острівкової структури в плівкових композиціях, що супроводжується значним зростанням шорсткості поверхні. Під час відпалу в атмосфері водню плівкові композиції насичуються атомами водню, що може призвести до формування рископодібних утворень, які є ознакою руйнування структури плівки.

5. Відпал в атмосфері водню може призвести до кристалізації аморфного шару SiO₂.

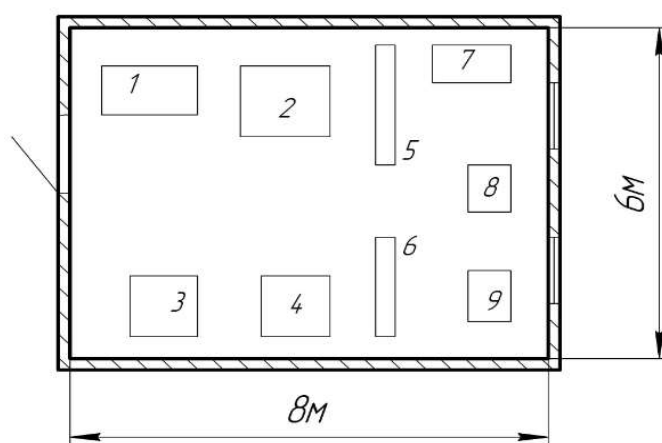
4 ОХОРОНА ПРАЦІ ТА БЕЗПЕКА В НАДЗВИЧАЙНИХ СИТУАЦІЯХ

Метою даного розділу є аналіз шкідливих та небезпечних для організму факторів, умов, що можуть привести до травмування в процесі дослідження процесів фазоутворення в плівкових композиціях Pd/Cu/Fe під час термічної обробки в атмосфері водню, а також розробка заходів спрямованих на усунення цих факторів та забезпечення безпеки під час надзвичайних ситуацій.

При аналізі умов праці при виконанні даної магістерської роботи необхідно розглянути наступні чинники, що впливають на працездатність: план робочого приміщення, мікроклімат, освітлення, шум, вібрації, опромінення, електрична та пожежна безпека.

4.1 Аналіз параметрів приміщення та мікроклімату в приміщенні

Науково-дослідницька робота проводилась на кафедрі фізики металів КПІ ім. Ігоря Сікорського в лабораторії електронографії № 403, 4 поверх, корпус № 19. План-схема лабораторного приміщення з позначеними робочими місцями та встановленим обладнанням зображена на рисунку 4.1.



1 – електронограф ЕМР – 100; 2 – електронний мікроскоп ЕМВ – 100Л; 3, 4 – вакуумний універсальний пост ВУП-5М; 5, 6 – книжкова шафа; 7 – письмовий стіл; 8 – комп'ютер; 9 – комп'ютер

Рисунок 4.1 – План схема лабораторного приміщення

Загальна площа лабораторії, яка розрахована на трьох працівників, складає 48 м², об'єм – 182 м³. На кожну людину відведено 16 м² площі та 60,7 м³ об'єму.

Площа та об'єм лабораторного приміщення задовольняє норми, які описані в ДСан Пін 3.32 – 007 – 98, де вказано, що на робоче місце однієї людини повинно бути відведено не менше 6 м² площі та 20 м³ об'єму [49].

В постанові Міністерства охорони здоров'я ДСН 3.3.6.042-99 “Санітарні норми мікроклімату виробничих приміщень” вказані оптимальні і допустимі температура, відносна вологість та швидкість руху повітря в робочій зоні для різних пір року в залежності від категорії важкості роботи [50].

Згідно з ДСН 3.3.6.042-99 [44] проведення дослідження відповідає категорії І б. Дана категорія передбачає легкі фізичні роботи до 150 ккал/год, які виконуються сидячи або стоячи та можуть супроводжуватись незначною фізичною напругою, а також роботи пов'язані з ходьбою. Виміряні в приміщенні лабораторії №403 та оптимальні нормовані величини параметрів мікроклімату в робочій зоні приміщення лабораторії № 403 наведені в таблиці 4.1.

Таблиця 4.1– Мікроклімат лабораторного приміщення № 403 та ДСН 3.3.6.042-99 [50]

Період року	Категорія Робіт	Температура, °С		Відносна вологість повітря, %		Швидкість руху повітря, м/с	
		Факт.	Опт.	Факт.	Опт.	Факт.	Опт.
Холодний	Легка І б	21	21-23	55	<60	0,12	0,1
Теплий		22	22-24	45	<60	0,21	0,2

Основаючись на проведених вимірюваннях можна стверджувати, що параметри мікроклімату лабораторного приміщення, в якому виконувалась магістерська робота відповідає діючим санітарним вимогам.

4.2 Аналіз освітлення приміщення лабораторії

В залежності від джерела світла освітлення може бути природним, розсіяні на небосхилі або прямі сонячні промені; штучним, освітлення електричними пристроями, та суміщеним, недостатня кількість природного освітлення компенсується штучним.

Природне освітлення поділяється на: бокове (одно або двобічне), що здійснюється через світлові отвори в зовнішніх стінах приміщення; верхнє, здійснюється через отвори в стелях та дахах; комбіноване – поєднання бокового та верхнього освітлення.

Штучне освітлення поділяється на загальне, місцеве та комбіноване. Загальне освітлення реалізується встановленням світильників у верхній зоні приміщення (не нижче 2,5 м над рівнем підлоги). Місьцеве освітлення створюється світильниками, світловий потік яких сконцентровано безпосередньо на робочу поверхню. Комбіноване освітлення складається із загального та місцевого. Використовувати лише місцеве освітлення у виробничих приміщеннях заборонено [51].

В приміщенні лабораторії № 403 реалізована схема суміщеного освітлення. В світлий час доби приміщення освітлюється природнім освітленням з вікон. При цьому, нестача, за умовами зорової роботи, природного освітлення може бути компенсована штучним, яке задовольняє норми ДБН В.2.5-28 2006 [52]. Загального освітлення забезпечується люмінесцентними лампами ЛБ-40 (24 одиниці), що розташовані на стелі приміщення, для місцевого – лампи розжарювання.

Нестача, надмірність або неоднорідність освітлення в полі зору втомлює очі, що є причиною зниження продуктивності праці. Це може бути джерелом потенційної небезпеки виконання помилкових дій та нещасних випадків. Надмірна яскравість джерел світла може викликати розлад гостроти зору та головний біль, відблиски від поверхонь можуть спричинити тимчасове засліплення [53].

4.3 Виробничі випромінювання

Умови праці в лабораторії регламентуються документом: "Норми радіаційної безпеки України (НРБУ-97)" [54].

4.3.1 Випромінювання від рентгенівського дифрактометра

Дослідження фазових та структурних перетворень в нанорозмірних плівках Pd/Cu/Fe проводилось методами рентгеноструктурного фазового аналізу на рентгенівському дифрактометрі Rigaku ULTIMA IV, що знаходиться в лабораторії 103 на кафедрі фізики металів.

Рентгенівське випромінювання відноситься до електромагнітного випромінювання (фотонного), яке випромінюється при різкій зміні швидкості електрону. Рентгенівське випромінювання – короткохвильове електромагнітне випромінювання, довжина хвилі якого знаходиться в межах від 0,01 нм до 10 нм. Джерелом рентгенівського випромінювання в лабораторних пристроях є рентгенівська трубка. Випромінювання створюється при зіткненні електронів, що летять від вольфрамового катоду, з анодом. Прискорююча напруга в трубці складає 20 кВ – 50 кВ [55].

Рентгенівський дифрактометр є джерелом іонізуючого випромінювання. При закритих шторках вікон та без напруги на рентгенівській трубці дифрактометр є радіаційно-безпечним для обслуговуючого персоналу. Дифрактометр оснащений захисним склом, що містить солі свинцю, яке поглинає рентгенівське випромінювання. Радіаційний захист персоналу повинен бути організований таким чином, що між працівником та вихідним вікном рентгенівської трубки завжди знаходився захисний екран [55]. Усі працюючі на дифрактометрі, як і на інших рентгенівських апаратах, повинні в обов'язковому порядку пройти інструктаж з техніки безпеки, який здійснює офіційно затверджений для цього фахівець [55], в лаб. 103 – це Карпець М.В.

Важливим вражаючим фактором іонізуючого випромінювання є іонізація молекул повітря, мікрочастинок та пилу. Потрапляння іонізованих частинок в організм людини може завдати шкоду здоров'ю. Забезпечення безпечних умов праці досягається шляхом використання захисних пристроїв, організацією необхідних організаційно-технічних заходів та суворим виконанням правил техніки безпеки. Організаційно-технічні заходи включають раціональне розташування апаратури та допоміжних пристроїв. Для забезпечення належного захисту працівників від опромінення в залежності від конструкції апаратури та особливостей досліджуваних зразків необхідно проведення наступних заходів:

- визначення за допомогою дозиметрів безпечних зон і зон підвищеної небезпеки біля апарату,
- дозиметричний контроль,
- складання робочих інструкцій і правил техніки безпеки,
- заходи щодо ліквідації аварійної обстановки,
- спеціальне навчання і профогляди.

Робота на апаратах з відключеними або знятими захисними пристроями суворо заборонено [55].

4.3.2 Випромінювання від ЕОМ

Нормативні показники виробничого випромінювання визначаються санітарними нормами ДСанПіН 3.3.2-007-98 «Гігієнічні вимоги до відеодисплейних терміналів і ПЕОМ і організації роботи» [49].

Під час роботи за ЕОМ на організм працівника може мати вплив невикористані рентгенівські промені, ультрафіолетове випромінювання та електростатичне поле від монітору.

Для попередження соматичних або інших негативних наслідків для організму працівника під час роботи встановлені норми потужності експозиційної дози рентгенівського випромінювання, що має бути менше за $2,78 \cdot 10^{-2}$ мкР/с (100 мкР/год) на відстані 5 см від будь-якої поверхні яка обернена

в сторону працівника. Потужність експозиційної дози рентгенівського випромінювання на відстані 5 см від будь-якої поверхні приладу не повинна перевищувати 0,07 мкР/с при 41 годинному робочому тижні [51]. Оскільки більша частина роботи проводиться за ЕОМ було вирішено, що час роботи за ЕОМ не має перевищувати 4 годин з технологічними перервами кожну годину.

4.4 Виявлення і аналіз наявності шуму, вібрації, інфра- та ультразвуку

Шум – це сукупність різних за інтенсивністю та частотою звуків, які виникають внаслідок механічних вібрацій робочої апаратури та можуть заважати сприйняттю корисних сигналів [53].

При виконанні даної магістерської роботи джерелами шуму були вакуумні універсальні пости ВУП-5 та персональні комп'ютери, які знаходяться в приміщенні лабораторії.

Для зниження небажаного впливу шуму на людину можуть бути використані наступні методи:

- зменшення шуму безпосередньо в джерелах;
- ізоляція джерел шуму засобами звуко – та віброізоляції;
- архітектурно-планувальні рішення, спрямовані на раціональне розміщення технологічного устаткування, машин та механізмів;
- акустичне опрацювання робочих приміщень або застосування засобів індивідуального захисту.

ДСН 3.3.6.037-99 встановлює основні принципи визначення параметрів шуму виходячи з класифікації приміщень за їх трудовим призначенням та встановлює граничні величини шуму.

Вібрація має механічний вплив на організм людини та може бути причиною порушення його функціонування. Джерелом вібрацій під час виконання магістерської роботи є вакуумний пост ВУП-5.

Для зменшення впливу вібрацій на працівника та інше обладнання використовують методи віброгасіння. На віброуючі пристрої встановлюється

динамічне навантаження, а самі пристрої розташовуються на окремий віброізований фундамент. Джерела коливань ізовані від опорних конструкцій гумовими прокладками, пружинами або іншими віброізоляторами.

4.5 Електричний струм

Згідно з діючими правилами улаштування електроустановок ПУЕ-2017 приміщення лабораторії № 403 за безпекою електротравм відноситься до класу приміщень без підвищеної небезпеки [56]. Це сухе приміщення з оптимальною температурою повітря та струмонепровідною підлогою. Електричні установки, що використовувались при виконання даної магістерської роботи живляться напругою 220 В (ОЕМ) та 380 В (вакуумний універсальний пост ВУП-5М, електронограф ЕМР – 100) з частотою 50 Гц.

Причинами можливого ураження електричним струмом можуть бути:

- пошкодження ізоляції (наприклад, розплавлений метал) та, як наслідок, доступність до струмоведучих частин обладнання;
- поява напруги на відключених струмоведучих частинах внаслідок помилкового включення установки;
- невиконання або неправильне виконання вимог техніки електробезпеки, неуважність при роботі.

Дія електричного струму на організм може мати небезпечні для здоров'я людини наслідки і навіть привести до смерті. При проходженні через тіло людини струм здійснює термічний (опіки, пошкодження судин), електролітичний (розкладення органічних сполук) та біологічний вплив. Напруга доторкання та струми, які протікають через тіло людини при нормальному (неаварійному) режимі електроустановки, для струму з частотою 50 Гц не повинні перевищувати значення: $U_{\text{dot}} = 2,0 \text{ В}$ та $I = 0,3 \text{ мА}$.

В лабораторії захисне заземлення електроустаткування і приладів проведено правильно. Причиною можливого ураження електричним струмом може бути пробій на корпусі установки або пошкодження ізоляції кабелів.

4.6 Забезпечення безпеки та запобігання надзвичайним ситуаціям

Запобігання виникненню надзвичайних ситуацій – це підготовка та реалізація комплексу правових, соціально-економічних, політичних, організаційно-технічних, санітарно-гігієнічних та інших заходів, спрямованих на регулювання безпеки, проведення оцінки рівнів ризику, завчасне реагування на загрозу виникнення надзвичайної ситуації на основі даних моніторингу (спостережень), експертизи, досліджень та прогнозів щодо можливого перебігу подій з метою недопущення їх переростання у надзвичайну ситуацію або пом'якшення її можливих наслідків. Зазначені функції запобігання надзвичайним ситуаціям техногенного та природного характеру в нашій країні виконує Єдина державна система запобігання і реагування на надзвичайні ситуації техногенного і природного характеру, затверджена Постановою Кабінету Міністрів України від 3 серпня 1998 р. № 1198 [49].

Під час виконання науково-дослідницької роботи можливе виникнення наступних надзвичайних ситуацій: пожежі, вибуху, землетрусу, аварії на електроенергетичних системах, раптового руйнування будівлі.

4.6.1 Пожежна безпека

Проаналізуємо імовірність виникнення пожежі в приміщенні та засобів її запобігання.

Пожежа відноситься до 1 класу надзвичайних ситуацій (ситуацій техногенного характеру).

Згідно з ОНТП24-86 приміщення лабораторії 403-9 за пожежонебезпекою відноситься до категорії “В” (В лабораторії є горючі та важкогорючі рідини, також тверді горючі та важкогорючі речовини. Приміщення, в якому вони знаходяться, не відносяться до категорії А або Б) [57].

У випадку пожежі у лабораторії може горіти:

- електроустановки та їхня проводка;

- паркет та штори;
- шафи та паперові документи, що знаходяться в них.
- Виникнення пожеж у лабораторії можливо за наступними причинами:
- порушення технологічного режиму;
- несправність електроустаткування;
- ремонт устаткування на ходу;
- неправильне користування устаткуванням.

Для гасіння полум'я на електроустановці, що знаходиться під наругою необхідно використовувати вуглекислотний чи вуглекислотно брометилловий вогнегасник.

На випадок пожежі в лабораторії є водопровід, вуглекислотно брометилловий вогнегасник ОУБ-3 (ГОСТ 111564-65), а на сходових клітках і в коридорах шухляди з піском, вогнегасники ОХП-10, ОП-1Б, пожежні крани. Також в корпусі, на кожному поверсі є план евакуації (рис.4.2).

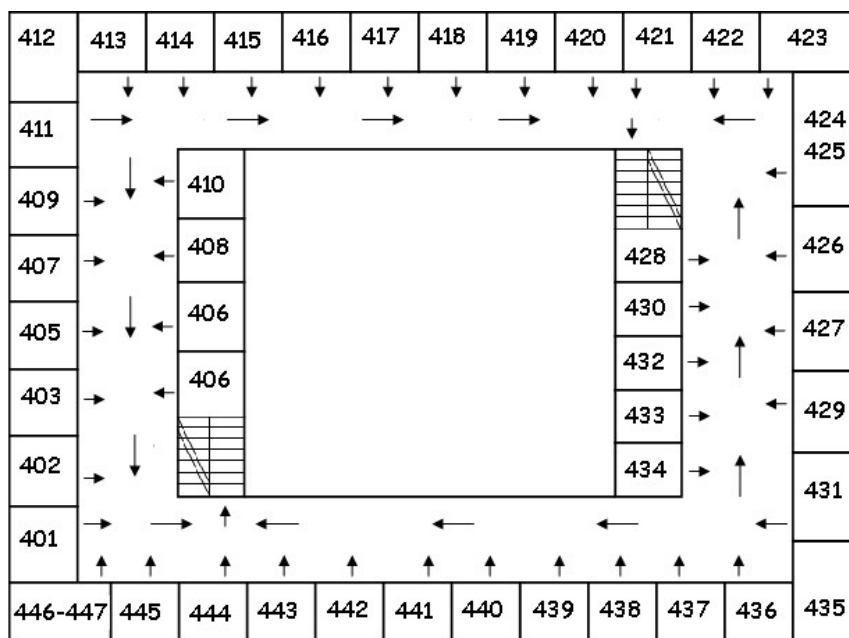


Рисунок 4.2 – План евакуації під час пожежі

Основними заходами профілактики пожежної безпеки є:

- регулярна перевірка працездатності засобів пожежогасіння та систем пожежної сигналізації;

- не допускання паління у непризначених для цього місцях та поблизу легкозаймистих речовин;
- перевірка справності електричної проводки;
- щорічне випробування опору ізоляції підвищеною напругою близько 500 В [56].

4.6.2 Безпека в аварійних ситуаціях

В разі пробою електричної напруги на корпус вакуумної установки ВУП-5М необхідно відключити пристрій від напруги та повідомити про це відповідальну особу за безпеку правці в лабораторії № 403-19.

При ураженні особи електричним струмом від установки необхідно відключити установку від напруги, покласти потерпілого на рівну поверхню, підкласти під голову подушку та викликати невідкладну допомогу за телефоном 103. За необхідності надати першу медичну допомогу.

В разі вимкнення напруги необхідно відтиснути всі кнопки на панелі керування вакуумною системою та вимкнути подачу напруги на установку. Подачу води необхідно залишити до повного охолодження дифузійного насосу.

Про відсутність охолоджуючої рідини сповіщає сигнал «НЕТ ВОДЫ». В разі його спрацювання необхідно негайно вимкнути установку та охолодити дифузійний насос вологим ганчір'ям або переносним вентилятором.

4.7 Висновки до розділу 4

Було проведено аналіз параметрів робочого приміщення, які мають вплив на здоров'я та працездатність людини, а саме: мікроклімату, освітленості, шуму, вібрації, електричної та пожежної безпеки. Мікроклімат та освітленість задовольняють вимоги санітарних норм, а рівень шуму, вібрацій та випромінення знаходяться в межах допустимих норм.

5 РОЗРОБЛЕННЯ СТАРТАП-ПРОЕКТУ

5.1 Опис ідеї проекту

Ідея проекту спрямована на розробку нанорозмірних плівок з високими магнітними властивостями, придатних для використання в якості носіїв надщільного магнітного запису на тривалий час (табл. 5.1 – 5.2).

Потенціал для даного стартап-проекту мають нанорозмірні плівкові композиції $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}(4,4 \text{ нм})/\text{Cu}(0,6 \text{ нм})$ на підкладинках $\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$ після відпалу в атмосфері водню протягом 1 години за температури 650°C (рис. 5.1).

Дослідження структури та властивостей даного матеріалу ще триває, тому оцінку ринкової спроможності даного матеріалу можна дати лише в обмеженому вигляді.

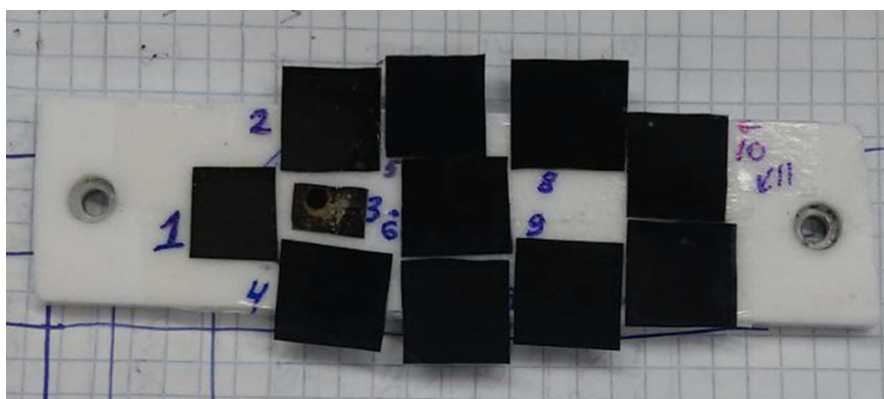


Рисунок 5.1 – Зовнішній вигляд зразків нанорозмірних плівкових композицій $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}(4,4 \text{ нм})/\text{Cu}(0,6 \text{ нм})/\text{SiO}_2(100 \text{ нм})/\text{Si}(001)$

Таблиця 5.1 – Опис ідеї стартап-проекту – розробки нанорозмірних плівкових композицій для використання в якості середовища надщільного магнітного запису

Зміст ідеї	Напрямки застосування	Вигоди користувача
Розробка нових матеріалів для використання в якості середовища надщільного магнітного запису	Інформаційно-комп'ютерні технології	Збільшення об'єму інформації, що зберігається на жорсткому диску та зменшення ціни біту інформації
	Технології магнітного запису інформації	

Таблиця 5.2 – Визначення сильних, слабких та нейтральних характеристик ідеї проекту – розробка нанорозмірних плівкових композицій, для використання в якості середовища надщільного магнітного запису

№	Техніко-економічні характеристики ідеї	(потенційні) товари/концепції конкурентів			
		Наш проект	Конкурент 1 Seagate Technology	Конкурент 2 Western Digital	Конкурент 3 Toshiba
		Середовище магнітного запису інформації			
1	Собівартість плівкової композиції	дешевший	дорожчий	дорожчий	Дорожчий
		S	W	W	W
2	Вартість експлуатації (споживання енергії)	Стандартна	Стандартна	Стандартна	Стандартна
		N	N	N	N
3	Коерцитивна сила	Менша	Більша	Більша	Більша
		W	N	N	N
4	Намагніченість насичення	Стандартна	Стандартна	Стандартна	Стандартна
		N	N	N	N
5	Екологічність (обсяг відходів)	Витратні матеріали	Витратні матеріали	Витратні матеріали	Витратні матеріали (стрічка)
		W	W	W	W

* W (слабка сторона), N (нейтральна сторона), S (сильна сторона)

В таблиці 5.3 представлені технології, які були використані для виготовлення та термічної обробки експериментальних зразків.

Таблиця 5.3 – Технологічна здійсненність ідеї проекту – розробка нанорозмірних плівкових композицій для використання в якості середовища надщільного магнітного запису

Технології реалізації	Наявність технологій	Доступність технологій
Технологія магнетронного осадження	Технологія існує	Доступна
Швидкий термічний відпал в атмосфері азоту	Технологія існує	Доступна
Термічний відпал в атмосфері водню	Технологія існує	Доступна

Даний проект в майбутньому є технологічно здійсненним, адже об'єкт даного дослідження (нанорозмірні плівкові композиції $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}(4,4 \text{ нм})/\text{Cu}(0,6 \text{ нм})$) є лише одним шаром у багатошаровій структурі жорсткого диску. Використовуючи технології перпендикулярного чи термічно-активованого можливо спробувати провести запис інформації на жорсткий диск, середовищем збереження інформації в якому є нанорозмірна плівкова композиція $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}(4,4 \text{ нм})/\text{Cu}(0,6 \text{ нм})$ після термічної обробки в атмосфері водню.

На початку березня 2017 року компанією IDEMA (International Disk Drive Equipment and Materials Association) було проведено дослідження ринку жорстких дисків (табл. 5.4). Було встановлено, що обсяг ринку зменшується шість років поспіль. Тайванський портал DigiTimes передбачає збереження цієї тенденції і надалі [58].

За даними IDEMA, в 2016 році поставки HDD в усьому світі склали 425,8 млн штук, це на 9,2 % менше ніж в попередньому році. Ринок падає з 2010 року, коли поставки пристроїв були рекордними та становили 651,4 млн одиниць. Хоча продажі HDD в натуральному вираженні зменшуються, проте середня ємність накопичувачів збільшується. У 2015 році сумарна місткість жорстких дисків, поставлених на світовий ринок, склала 535,8 Ебайт, а в наступному році вона

збільшилася до 633 Ебайт. У 2017 році цей показник знаходився на рівні 768 Ебайт [58].

Таблиця 5.4 – Попередня характеристика потенційного ринку стартап-проекту – розробка нанорозмірних плівкових композицій, для використання в якості середовища надщільного магнітного запису

№	Показники стану ринку (найменування)	Характеристика
1	Кількість головних виробників, од	Виробництвом жорстких дисків зараз займаються всього чотири компанії: 1)Seagate Technology; 2)Western Digital; 3)Toshiba; 4)HGST (знаходиться під контролем Western Digital).
2	Загальний обсяг продаж, грн/ум.од, 2017 рік	407 млн. од. (всі виробники)
3	Динаміка ринку (якісна оцінка)	В 2018 році випуск комп'ютерних вінчестерів впаде до 380 млн. штук.
4	Наявність обмежень для входу	Відсутні
5	Специфічні вимоги до стандартизації та сертифікації	Стандарт FIPS 140-2, ISO 40001, ISO 40002, ISO 13485
6	Середня норма рентабельності в галузі (або по ринку)	> 1

На початку 2017 року на ринку жорстких дисків залишилися всього чотири виробники: Seagate, Western Digital, HGST і Toshiba. Причому остання компанія,

яка раніше була бізнесом компанії Hitachi, входить до складу Western Digital, так що по суті мова йде лише про трьох виробників [58].

У табл. 5.5 визначено потенційні групи клієнтів, їх характеристики, та сформований орієнтовний перелік вимог до товару для кожної групи.

Таблиця 5.5 – Характеристика потенційних клієнтів стартап-проекту – розробка нанорозмірних плівкових композицій, для використання в якості середовища надщільного магнітного запису

№	Потреба, що формує ринок	Цільова аудиторія (цільові сегменти ринку)	Відмінності у поведінці різних потенційних цільових груп клієнтів	Вимоги споживачів до товару
1	Стабільність зберігання інформації на жорстких дисках.	Компанії які виготовляють жорсткі диски: - Western digital technologies inc;	Стандарти, Технічні регламенти, Специфікації, Обсяги закупок, Умови експлуатації.	Висока щільність запису, Низька собівартість, тривалість збереження інформації більше 10 років.
2	Збільшення щільності запису інформації на диск	- Seagate; - Hitachi; - Fuji; - Toshiba; - SanDisk; - Transcend; - Verbatim		

Попередня оцінка ринку, проведена в таблиці 5.4, дозволяє зробити висновок, що входження на ринок з даним стартап-проектом цілком можливе. Аналітики відзначають зростання інвестицій з 2010 р. Компанія Western Digital оголосила про намір протягом 5 років вкладати в розширення заводів в Малайзії близько

\$ 1,2 млрд. Це на додаток до інших \$ 650-750 млн, які планувалося витратити в 2010 р. На думку аналітиків, надалі конкуренція між WD і Seagate зростатиме [58].

Після визначення потенційних груп клієнтів проведено аналіз ринкового середовища (табл. 5.6 – 5.7): розроблені таблиці факторів загроз та можливостей реалізації проекту.

Таблиця 5.6 – Фактори загроз стартап-проекту – розробки нанорозмірних плівкових композицій, для використання в якості середовища надщільного магнітного запису

№	Фактор	Зміст загрози	Можлива реакція компанії
1	Нестабільність політичної та економічної ситуації	Зменшення інвестування та попиту	Приймання участі у програмах, в тому числі міжнародних, для залучення додаткових інвестицій.
		Зменшення кількості енергетичних та матеріально-технічних ресурсів, ріст цін на вихідні матеріали	Перехід на інші види джерел енергії, залучення додаткових інвестицій.

Таблиця 5.7 – Фактори можливостей стартап-проекту – розробка нанорозмірних плівкових композицій, для використання в якості середовища надщільного магнітного запису

№	Фактор	Зміст можливості	Можлива реакція компанії
1	Зменшення собівартості товару	Зменшення витратних матеріалів	Збільшення обсягу виробництва
2	Зменшення розміру жорсткого диску	Принципово нові можливості виготовлення комп'ютерів	Збільшення обсягу продажу.
3	Збільшення щільності запису інформації		

В таблиці 5.8 представлено SWOT-аналіз сильних та слабких сторін, а також можливостей та загроз стартап проекту.

Таблиця 5.8 – SWOT-аналіз стартап-проекту – розробка нанорозмірних плівкових композицій, для використання в якості середовища надщільного магнітного запису

<p>Сильні сторони:</p> <ul style="list-style-type: none"> - здатність полегшити запис інформації на жорсткий диск завдяки меншій коерцитивній силі матеріалу; - спрощення технології виготовлення жорсткого диску завдяки меншій температурі формування феромагнітного матеріалу; - збільшення якості зчитування інформації завдяки високій намагніченості насичення. 	<p>Слабкі сторони:</p> <ul style="list-style-type: none"> - стовпчаста структура перешкоджає однорідному запису інформації; - необхідність проведення подальших досліджень та створення прототипу. - невірно задані параметри термічної обробки в атмосфері водню можуть призвести до руйнування магнітного матеріалу.
<p>Можливості:</p> <ul style="list-style-type: none"> - здатність прийняти участь в міжнародних наукових проектах, направлених на розробку носіїв надщільного магнітного запису; - можливість співпраці з компаніями виробниками жорстких дисків. 	<p>Загрози:</p> <ul style="list-style-type: none"> - технологічна складність реалізації термічної обробки в атмосфері водню в промислових масштабах; - зменшення попиту на ринку жорстких дисків.

Дослідження нанорозмірних плівкових композицій на основі системи FePd досі триває, тому оцінити ринкову спроможність та створити маркетингову модель товару неможливо. В дисертаційній роботі були досліджені фундаментальні явища, а саме: вплив вихідної структури плівкової композиції (сплав та шарувата), режиму термічної обробки (швидкий термічний відпал та відпал в атмосфері водню) та додавання шару Si на процеси структурних та фазових перетворень та їх вплив та

магнітні властивості плівкових композицій. Дослідження нанорозмірних плівкових композицій на основі FePd долі триває, тому цей матеріал є лише перспективним для використання в якості середовища надщільного магнітного запису.

5.2 Висновки до розділу 5

Була проведена оцінка ринкових можливостей старап проекту «розробка нанорозмірних плівкових композицій, для використання в якості середовища надщільного магнітного запису». Впровадження проекту є перспективним, незважаючи на зменшення ринку носіїв магнітного запису, оскільки воно пов'язане зі збільшенням щільності магнітного запису інформації. Проект потребує подальших досліджень для проведення повної оцінки його ринкових спроможностей.

ВИСНОВКИ

1. Нанорозмірні плівкові композиції з впорядкованою магнітно твердою фазою $L1_0$ -FePd є перспективним матеріалом для використання в якості середовища надщільного мігнтного запису в жорстких дисках нового покоління завдяки високим значенням коерцитивної сили та енергії магнітно-кристалічної анізотропії.

2. Дослідження впливу відпалу в атмосфері водню тривалістю 1 година на структуру плівкових композицій $Fe_{50}Pd_{50}(5-x \text{ нм})/Cu(x \text{ нм})$ ($x = 0 \text{ нм}; 0,3 \text{ нм}; 0,6 \text{ нм}$) показало, що:

2.1. відпал за температури 650°C плівок сплаву FePd(5 нм) призводить до формування впорядкованої фази $L1_0$ -FePd з коерцивною силою 5,5 кЕ;

2.2. додавання підшару Cu(0,3 нм; 0,6 нм) супроводжується зменшенням коерцитивної сили впорядкованої фази $L1_0$ -FePdCu до 2,5 кЕ. а збільшення товщини підшару - зменшенням магнітної анізотропії;

2.3. при збільшенні товщини підшару Cu до 0,6 нм збільшується ступінь впорядкування фази $L1_0$. При цьому кількість зерен з віссю легкого намагнічування c , розташованою перпендикулярно до площини плівки, майже не змінюється.

3. Відпал в атмосфері водню шаруватих плівкових композицій Pd/Cu/Fe, незалежно від товщини шарів, призводить до формування неупорядкованої фази A1, коерцитивна сила якої не перевищує 200 Е. Що є наслідком пересичення кристалічної ґратки FePd атомами водню. Попередній швидкий термічний відпал цих плівкових композицій в атмосфері азоту не призводить до зміни фазового складу плівкових композицій.

4. Процес взаємодифузії шарів Pd та Fe під час термічної обробки супроводжується формуванням острівкової стовпчастої структури. Насичення кристалічної ґратки FePd атомами водню при відпалах за високої температури призводить до подрібнення ОКР (зерен).

5. Є підстави вважати, що під час відпалу в атмосфері водню шар аморфного SiO_2 кристалізується.

6. Встановлено, що умови мікроклімату, рівень шуму, вібрацій та випромінювання, а також організація робочого місця в лабораторії відповідають вимогам діючих санітарних норм.

7. Показана економічна доцільність впровадження стартап проекту на основі матеріалів, досліджених в даній роботі.

CONCLUSIONS

1. The nanoscale film compositions with ordered hard magnetic $L1_0$ -FePd phase is perspective material for use as ultrahigh magnetic recording medium in new generation hard disk due to high values of coercitivity and magnetic crystal anisotropy energy.

2. Investigation of the influence of annealing in hydrogen atmosphere for 1 hour on the structure of $Fe_{50}Pd_{50}(5-x \text{ nm})/Cu(x \text{ nm})$ ($x = 0 \text{ nm}, 0.3 \text{ nm}, 0.6 \text{ nm}$) film compositions showed that:

2.1. annealing at temperature of 650°C of FePd(5 nm) alloy films leads to the formation of $L1_0$ -FePd ordered phase with coercitivity of 5.5 kOe;

2.2. addition of Cu(0.3 nm, 0.6 nm) sublayer is accompanied by the decrease in coercitivity of the $L1_0$ -FePdCu ordered phase to 2.5 kOe and increase in the thickness of the sublayer leads to decrease in magnetic anisotropy;

2.3. with an increase of the thickness of Cu sublayer to 0.6 nm the ordering degree of the $L1_0$ phase increases. At the same time, amount of grains with the c -axis of easy magnetization oriented perpendicular to the film plane does not change.

3. Annealing in hydrogen atmosphere of the Pd/Cu/Fe layered film compositions irrespective of layers thicknesses leads to the formation of disordered A1 phase, coercitivity of which does not exceed 200 Oe. That is the result of the saturation of hydrogen atoms into FePd crystalline lattice. Prior rapid thermal annealing in nitrogen atmosphere does not lead to change in the phase composition of films.

4. The process of co-diffusion of Pd and Fe layers during heat treatment is accompanied by the formation of column structure. Saturation of the FePd crystalline lattice with hydrogen atoms during annealing at high temperatures causes grinding of grains.

5. There is a reason to believe that during annealing in hydrogen atmosphere the layer of amorphous SiO_2 crystallizes.

6. It was established that conditions of microclimate, level of noise, vibration and radiation, as well as the organization of work space in the laboratory meet the requirements of the current sanitary norms.

7. The economic feasibility of introducing of startup project based on studied materials in this paper is shown.

СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Handbook of magnetic materials: Volume 11 / edited by K.H.J. Buschow. — Elsevier Science B.V., 1998. — 716 pages.
2. Magnetic recording // Encyclopedia Britannica. — Режим доступа: <https://www.britannica.com/technology/magnetic-recording>. — Дата доступа: 12.11.18. — Magnetic recording.
3. Plasmonic near-field transducer for heat-assisted magnetic recording / Nan Zhou, Xianfan Xu, Aaron T. Hammack, Barry C. Stipe, Kaizhong Gao, Werner Scholz and Edward C. Gage // Nanophotonics 2014; 3(3): 141–155.
4. HAMR: the Next Leap Forward is Now / Mark Re // Seagate Blog. — Режим доступа: <https://blog.seagate.com/craftsman-ship/hamr-next-leap-forward-now/>. — Дата доступа: 12.11.18. — HAMR: the Next Leap Forward is Now.
5. Developments in data storage: materials perspective / edited by S.N. Piramanayagam, Tow C. Chong. — Institute of Electrical and Electronics Engineers. 2012. — 331 p.
6. Weller Dieter. Thermal Effect Limits in Ultrahigh-Density Magnetic Recording / Dieter Weller and Andreas Moser // IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS, VOL. 35, NO. 6, NOVEMBER 1999.
7. Соколовский А.А. Перспективы развития устройств хранения информации на магнитных носителях / А.А. Соколовский, А.Ю. Митягин, Б.В. Хлопов, А.С. Кузьминых // 2008. — 499с.
8. Heat Assisted Magnetic Recording / Mark H. Kryder, Edward C. Gage, Terry W. McDaniel, William A. Challener, Robert E. Rottmayer, Ganping Ju, Yiao-Tee Hsia, and M. Fatih Erden // Proceedings of the IEEE. Vol. 96, No. 11, November 2008.
9. Sato Kazuhisa. Electron Microscopy Studies on Magnetic L1₀-Type FePd Nanoparticles / Kazuhisa Sato, Toyohiko J. Konno, and Yoshihiko Hirotsu // Advances in IMAGING AND ELECTRON PHYSICS vol. 170/ Edited by PETER W. HAWKES. — Elsevier Inc. 2012. pp 165–225.

10. Magnetic hardening and coercivity mechanisms in $L1_0$, ordered FePd ferromagnets / T. Klemmer, D. Hoydick, H. Okumura, B. Zhang and W.A. Soffa // *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 33. Nos. 10/11, pp. 1793–1805, 1995.
11. Richter H.J. Media for Magnetic Recording Beyond 100 Gbit/in.² / H.J. Richter and S.D. Harkness IV // *MRS BULLETIN VOLUME 31 MAY 2006*. pp 384–388.
12. Crystallographic structure and magnetic properties of polycrystalline FePd thin films on glass substrate / S. H. Liu, C. C. Chen, S. N. Hsiao, S. K. Chen, Y. C. Chang, S. H. Su, K. F. Chiu // *Appl. Phys. A*. 2015.
13. A comparison of rapid-annealed FePt and FePd thin films: Internal stress, $L1_0$ ordering, and texture / S.N. Hsiao, S.H. Liu, C.C. Chen, C.L. Chou, S.K. Chen, S.H. Su, K.F. Chiu, C.K. Sung // *Vacuum* 125 (2016) 1–5.
14. Konczak Christoph. Adjusting the phase structure of electrodeposited Fe–Pd films / Christoph Konczak, Veronika Haehnel, Ludwig Schultz, Heike Schlorb // *Materials Chemistry and Physics*. Volume 174 (2016) 150–155.
15. Lisjak Darja. Anisotropic magnetic nanoparticles: A review of their properties, syntheses and potential applications / Darja Lisjak, Alenka Mertelj // *Progress in Materials Science*. 2018.
16. Atomic ordering and magnetic properties of polycrystalline $L1_0$ -FePd dot arrays / J.-G. Kang, J.-G. Ha, J.-H. Koh, S.-M. Koo, M. Kamiko, S. Mitani, Y. Sakuraba, K. Takanashi, S.-T. Bae, H.-J. Yeom // *Physica B* 405 (2010) 3149–3153.
17. Atomic Ordering and Magnetism in $L1_0$ Ordered FePd Alloys / Chaisak Issro, Madjid Abes, Wolfgang Puschl, Bogdan Sepiol, Wolfgang Pfeiler, Peter F. Rogl, Guy Schmerber, William A. Soffa, Rafal Kozubski, And Veronique Pierron-Bohne // *METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A VOLUME 37A*, DECEMBER 2006—3415.
18. Chemical order and crystallographic texture of FePd:Cu thin alloy films / Marcin Perzanowski, Yevhen Zabala, Michal Krupinski, Arkadiusz Zarzycki, Aleksander Polit, and Marta Marszalek // *JOURNAL OF APPLIED PHYSICS* 111, 074301 (2012).

19. Determination of grain shape of laser-irradiated FePdCu thin alloy films / Marcin Perzanowski, Michal Krupinski, Arkadiusz Zarzycki, Yevhen Zabala, Marta Marszalek // *Applied Surface Science* 302 (2014) 129–133.
20. Vlasova N. I. Effect of the Structural State of the FePd Equiatomic Alloy on the Temperature Dependence of the Initial Magnetic Susceptibility and the Curie Temperature / N. I. Vlasova, A. G. Popov, and N. N. Shchegoleva // *The Physics of Metals and Metallography*, 2009, Vol. 107, No. 4, pp. 359–369.
21. Effect of Thickness on the Structure and Magnetic Properties of FePd Films Grown on Glass Substrate / Zhang Yanli, Cheng Gang, Xu Xiaozong, Pan Kuang, Li Lin, Du Yusong, Zhang Xin, Ma Lei, Gu Zhengfei // *Rare Metal Materials and Engineering*, Volume 46, Issue 7, July 2017.
22. Effects of high magnetic field annealing on texture and magnetic properties of FePd / S. Lia, H. Garmestania, Shi-shen Yan, M. Elkawnic, M.B. Bacaltchuk, H.J. Schneider-Muntau, J.P. Liu, S. Saha, J.A. Barnard // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 281 (2004) 272–275.
23. Effects of post-annealing on the structural and nanomechanical properties of sputter-deposited FePd thin films / S.-R. Jian, H.-W. Chang, Y.-W. Wang, H.-H. Yeh, J.-Y. Juang // *Journal of Alloys and Compounds* 648 (2015) 980–985.
24. Naganuma Hiroshi. Fabrication of oriented L₁₀-FeCuPd and bbc-Fe/L₁₀-FeCuPd composite nanoparticles: Alloy composition dependence of magnetic properties / Hiroshi Naganuma, Kazuhisa Sato, and Yoshihiko Hirotsu // *Journal of Applied Physics* 99, 08N706 (2006).
25. Carbucicchio M. Highly coercive L₁₀-FePd thin films grown on MgO single crystal substrates / M. Carbucicchio and R. Ciprian // *Journal of Physics: Conference Series* 200 (2010) 072016.
26. Hydrogen-Induced Crystal Structural Transformation of FePt Nanoparticles at Low Temperature / Masafumi Nakaya, Masayuki Kanehara, Miho Yamauchi, Hiroshi Kitagawa, and Toshiharu Teranishi // *J. Phys. Chem. C*, Vol. 111, No. 20, 2007, pp 7231–7234.

27. Hydrogen-induced structural transformation of AuCu nanoalloys probed by synchrotron X-ray diffraction techniques / M. Yamauchi, K. Okubo, T. Tsukuda, K. Kato, M. Takata and S. Takeda // *Nanoscale*, 2014, 6, 4067–4071.
28. Investigating Aspects of the Formation of Structure in FePd Alloy upon Ordering / N. M. Kleinerman, V. V. Serikov, N. I. Vlasova, A. G. Popov and A. Kashyap // *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, 2017, Vol. 81, No. 7, pp. 822–826.
29. Ohtake Mitsuru. L₁₀ ordered phase formation in FePt, FePd, CoPt, and CoPd alloy thin films epitaxially grown on MgO(001) single-crystal substrates / Mitsuru Ohtake, Shouhei Ouchi, Fumiyoshi Kirino, and Masaaki Futamoto // *Journal of Applied Physics* 111, 07A708 (2012).
30. Peiwen Wu. Nonepitaxial growth of a (001)textured L₁₀ Fe-Pt film in H₂ and N₂ annealing atmospheres / Wu Peiwen, Hu Xuerang, Qian Jun, and Yuan Jun // *ARE METALS* Vol.25, No. 3, **Jun** 2006,p . 260.
31. Ordering temperature of L₁₀-FePd film reduced by Ag underlayer / B. Li, W. Liu, X.G. Zhao, S. Ma, W.J. Gong, J.N. Feng, F. Wang, Z.D. Zhang // *Materials Letters* 100 (2013) 58–61.
32. Naganuma Hiroshi. Perpendicular magnetic anisotropy of epitaxially grown L₁₀ - FePdCu nanoparticles with preferential *c*-axis orientation / Hiroshi Naganuma, Kazuhisa Sato, and Yoshihiko Hirotzu // *Journal of Applied Physics* 100, 074914 (2006).
33. Structural and magnetic properties of Cu-alloyed FePd films / A. Polit, D. Makarov, C. Brombacher, M. Krupinski, M. Perzanowski, Y. Zabala, M. Albrecht, M. Marszałek // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 381 (2015) 316–321.
34. Structural ordering of laser-processed FePdCu thin alloy films / Marcin Perzanowski, Michal Krupinski, Arkadiusz Zarzycki, Yevhen Zabala, Marta Marszalek // *Journal of Alloys and Compounds* 646 (2015) 773–779.
35. Senthil Kumar M. Temperature dependence of magnetization in Fe–Pd thin films / M. Senthil Kumar // *Materials Science and Engineering B* 162 (2009) 59–63.
36. Berry D. C. The A1 to L₁₀ transformation in FePt and FeCuPt thin films: Determination of isothermal transformation kinetics from nonisothermal

- measurements / D. C. Berry and K. Barmak // Journal of Applied Physics 99, 08G901 (2006).
37. Gonzalez Estela A. The effect of interstitial hydrogen on the electronic structure of Fe–Pd alloys / Estela A. Gonzalez, Paula V. Jasen, Norberto J. Castellani, Alfredo Juan // Journal of Physics and Chemistry of Solids 65 (2004) 1799–1807.
 38. Solid Phase Synthesis of $L_{10}\text{FePd}(001)$ Epitaxial Thin Films: Structural Transformations and Magnetic Anisotropy / V. G. Myagkov, V. S. Zhigalov, L. E. Bykova, L. A. Solov'ev, and G. N. Bondarenko // JETP Letters, 2010, Vol. 91, No. 9, pp. 481–485.
 39. Диаграммы состояния двойных металлических систем: Справочник: В 3 т.: Т 2 / Под общ. ред. Н.П. Лякишева. — М.: Машиностроение, 1997. — 1024 с.
 40. Вол А.Е. Строение и свойства двойных металлических систем Т 2 / А.Е. Вол // Москва 1962.
 41. Шаповалов В.И. Влияние водорода на структуру и свойства железоуглеродистых сплавов / В.И. Шаповалов // М., Металлургия, 1982, 232 с.
 42. Минайчев В.Е. Нанесение пленок в вакууме / В.Е. Минайчев. — М: Высшая школа. 1989. — 211с.
 43. Кудинов В.В. Нанесение покрытий напылением. Теория, технология и оборудование / В.В. Кудинов, Г.В. Бобров. М: Металлургия, 1992. — 432с.
 44. A.S.T. electronic GmbH SHS Hardware Manual, 1994.
 45. Горелик С.С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ / С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Расторгуев. — М.: МИСИС. 1994. — 328с.
 46. MPMS SQUID VSM User's Manual, 1500-100, Rev. A1. July 2007.
 47. ГОРЯЧКО А.М. Основи скануючої зондової мікроскопії та спектроскопії (Частина 2): Навчальний посібник / за ред. С.П. Кулика та О.В. Прокопенка. — К.: Радіофізичний факультет Київського національного університету імені Тараса Шевченка, 2012. — 170 с.
 48. Желібо Є.П. Безпека життєдіяльності: Навчальний посібник для студентів вищих навчальних закладів освіти України I-IV рівнів акредитації /

- Є.П. Желібо, Н.М. Заверуха, В.В. Зацарний // За ред. Є.П. Желібо. – Київ: «Каравела»; 2001. – 320 с.
49. ДСан ПіН 3.32 -007 – 98 – Будівельні норми і правила.
50. Основи охорони праці: Підручник. 22-ге видання, доповнене та перероблене. / К.Н. Ткачук, М.О. Халімовський, В.В. Зацарний, Д.В. Зеркалов, Р.В. Сабарно, О.І. Полукаров, В.С. Коз'яков, Л.О. Мітюк. За ред. К.Н. Ткачука і М.О. Халімовського. — К.: Основа, 2006 — 448 с.
51. ДБН В.2.5-28 2006 – норми природного і штучного освітлення.
52. Березюк О.В. Безпека життєдіяльності : навчальний посібник / О.В. Березюк, М.С. Лемешев. – Вінниця: ВНТУ, 2011. – 204 с.
53. НРБУ-97– Норми радіаційної безпеки України.
54. СП2191-80/ДНАОП0.03-1.66-80 – Санитарными правилами при проведении рентгеновской дефектоскопии.
55. ПУЕ 2017 — Правила улаштування електроустановок.
56. НАПБ Б.07.005-86 – Нормы определения категорий помещений, зданий и наружных установок по взрывопожарной и пожарной опасности.
57. Жесткие диски (мировой рынок). Режим доступа — <http://www.tadviser.ru/index.php> – Дата доступа: 16.11.2018.